

## Ein Paarspektrometer zur Messung eines 30 MeV-Bremsspektrums

VON BERNHARD ZIEGLER

Mit 16 Textabbildungen

(Eingegangen am 6. Juni 1958)

### A. Einleitung

Der zwischen 10 und 30 MeV besonders interessante Bereich des Wirkungsquerschnittes von Kernphoto-  
tonen wurde schon vielfach untersucht. Stets diente  
kontinuierliches Bremsspektrum mit variabler  
Grenzenergie als Strahlenquelle. Dabei muß  
die Form des Bremsspektrums kennen, um die  
essenen Anregungsfunktionen in Wirkungsquer-  
schnittskurven umrechnen zu können. Bremsspektren  
2,7, 4,5 und 9,7 MeV Grenzenergie wurden von  
H. und STARFELT [1] gemessen und publiziert. In  
vorliegenden Arbeit wird ergänzend die Form des  
Bremsspektrums bei 30 MeV Grenzenergie mit dicker  
Kathode bestimmt.

Zur Einführung sollen einige der in den letzten  
Jahren im Betatronenergiebereich (5 bis 50 MeV) be-  
nutzten  $\gamma$ -Spektrometer hinsichtlich Lichtstärke und  
Energieauflösungsvermögen miteinander verglichen  
werden. Als Maß für die Lichtstärke wird die am Ein-  
gang des Spektrometers für eine Zählrate von 1/Sekun-  
den benötigte monochromatische Quantenstromdichte  
angenommen. Als Maß für das Energieauflösungs-  
vermögen dient die relative Halbwertsbreite der  
Spektralkurve für monochromatische  $\gamma$ -Strahlung in  
Prozenten der  $\gamma$ -Strahlenenergie.

Bei allen Anordnungen werden die Versuchsbedin-  
gen so gewählt, daß die Quantenenergie in ein-  
zigiger Weise in kinetische Energie geladener Teil-  
chen umgewandelt und auf diesem Umwege gemessen  
wird. Beugungsanordnungen wurden bisher wegen des  
sehr kleinen zulässigen Inzidenzwinkels und wegen  
der mit wachsender Energie rasch abnehmenden  
Reflexionskoeffizienten bisher über 5 MeV nicht  
realisiert.

Als verwertbare Elementarprozesse mit dem größ-  
ten Wirkungsquerschnitt bieten sich Compton-Stoß  
und Elektronenpaarbildung an. Beim Compton-  
effekt muß man alle Elektronen, die nach dem Stoß  
in einer bestimmten Richtung (gewöhnlich die Ein-  
strahlungsrichtung des Quants [2], [3], [4]) fliegen, aus-  
werten und deren Energieverteilung messen. Will  
man den Paarbildungseffekt ausnutzen, so sucht man  
ihn durch Koinzidenzmessung im Magnetfeld [5]  
mit einer bestimmten Summe von Elektronen-  
und Positronenergie aus und mißt deren Häufigkeits-  
verteilung. In Abb. 1 sind zum Vergleich die in Frage  
kommenden Wirkungsquerschnitte dargestellt: das  
Integral über den differentiellen Compton-Streuer-  
querschnitt von 0 bis  $1^\circ$  (ergibt bei 30 MeV etwa 2% Auf-  
lösung) und den Wirkungsquerschnitt für die Paar-  
bildung für einen Bereich des Aufteilungsverhältnisses  
Elektronenenergie zu Positronenenergie von 0,98 bis  
1,02 (entspricht ebenfalls 2% Auflösung).

Da beim Compton-Spektrometer die Paarelek-  
tronen, beim Paarspektrometer die Compton-Elek-  
tronen stören, benutzt man vorteilhaft beim Compton-  
Spektrometer eine Konverterfolie mit niedriger Ord-  
nungszahl  $Z_1$  (Be, Polystyrol), beim Paarspektrometer  
eine Folie mit hoher Ordnungszahl  $Z_2$  (Pt, Pb). Man  
erkennt also zunächst in bezug auf den ausnutzbaren

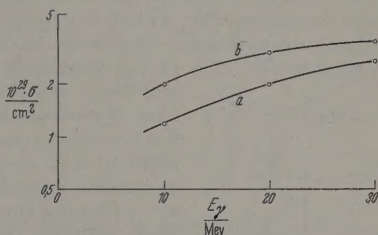


Abb. 1. Die bei 2% Auflösung ausnutzbaren Wirkungsquerschnitte.  
a) Compton-Effekt  $\sigma_1 = \frac{\sigma_c(2\%)}{Z}$ ; b) Paarbildung  $\sigma_2 = \frac{\sigma_p(2\%)}{Z^2}$ ;  
(Z Ordnungszahl)

Wirkungsquerschnitt eine Überlegenheit des Paar-  
spektrometers um den Faktor  $\frac{\sigma_p(2\%)}{\sigma_c(2\%)}$ . Da man je-  
doch wegen der Vielfachstreuung der Elektronen

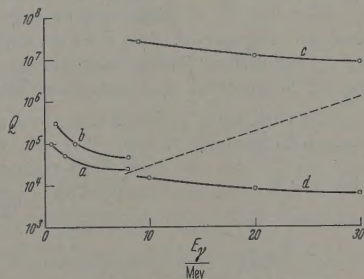


Abb. 2. Vergleich der für einen Registrierimpuls benötigten monochroma-  
tischen Anzahl von Quanten Q pro  $\text{cm}^2$  am Ort der Konverterfolie bei  
verschiedenen Spektrometeranordnungen. a [1]; b [2]; c [3]; d diese  
Arbeit. Die gestrichelte Gerade begrenzt etwa den Bereich der Compton-  
Spektrometer dieses Typs nach unten. Auflösung überall etwa 2%

(proportional  $Z^2$ ) nicht in beiden Fällen mit der glei-  
chen Atomzahl pro Quadratzentimeter der Konverter-  
folie rechnen darf, erhält man für vielfachstreu-  
äquivalente Folien den Vergleichsfaktor  $\frac{\sigma_p(2\%)}{\sigma_c(2\%)} \cdot \frac{Z_1^2}{Z_2^2} =$   
 $\frac{\sigma_2}{\sigma_1} \cdot Z_1$ . Wegen der stets vorhandenen Beziehung  
zwischen Lichtstärke, Auflösung, zulässiger Größe und  
Dicke der Konverterfolie und der Wahl der  $\beta$ -Spektr-  
ometer-Geometrie kann man dieses Ergebnis nur als  
grobe Abschätzung werten. Für einige bekannte [2],  
[3], [4] Anordnungen wurde die Lichtstärke bei 2%  
Auflösung berechnet bzw. der Literatur entnommen



und in Abb. 2 zusammengestellt. Oberhalb 10 MeV ist selbst das einfachste Paarspektrometer mit nur einem Zählerpaar dem Compton-Spektrometer überlegen. Aus diesem Grunde wurde für die genaue Messung des Betatronbremsspektrums, besonders auch wegen der Möglichkeit von  $\gamma$ -Strahlen-Absorptionsmessungen das Paarspektrometerprinzip [5] gewählt. Die Auflösung soll etwa 2% betragen.

Die eingangs erwähnten Messungen von STARFELT und KOCH [1] wurden mit dem Totalabsorptionspektrometer von FOOT und KOCH [6] durchgeführt, das in bezug auf Lichtstärke einzigartige Vorteile besitzt. Der Auflösung sind aber oberhalb 10 MeV prinzipielle Grenzen bei etwa 10% gesetzt.

## B. Grundlagen und Prinzip

### 1. Allgemeines

Den Ausgangspunkt für den Entwurf eines Paarspektrometers bilden die Theorie der Paarbildung am Felde eines Atomkerns [7], [8] und die Beschreibung der Bewegung relativistischer Elektronen im Magnetfeld. Beide Theorien sind so gut experimentell [9] gesichert, daß man sie ohne Bedenken als Basis für eine Spektrometeranordnung mit einem Genauigkeitsanspruch von 1% verwenden kann. Spezielle Details, die bei den Korrekturen ( $D$ ) eine Rolle spielen, wie die Energieaufteilung auf die Paarteilchen und deren Winkelverteilung, wurden experimentell bestimmt.

Die prinzipielle Anordnung (Abb. 3) des Spektrometers wurde zuerst

von WALKER [5] angegeben. Aus allen an einer Konverterfolie  $F$  gebildeten Paaren werden nach 180° Ablenkung im Magnetfeld und einfacher Richtungs-

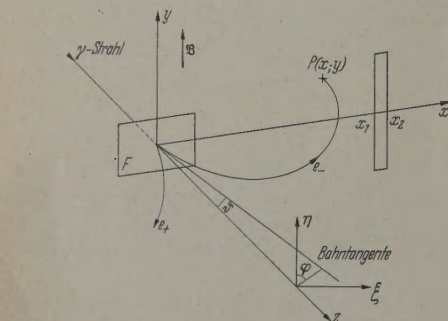


Abb. 3. Prinzipielle Anordnung; Magnetfeld senkrecht zur Bildebene;  $F$  Konverterfolie;  $D_1, D_2$  Detektoren in Koinzidenz;  $r$  Bahnradius bei symmetrischer Energieaufteilung;  $r_1$  Bahnradius bei unsymmetrischer Energieaufteilung;  $Q$  Strahlenquelle

fokussierung nur die registriert, bei denen Energiesumme und -aufteilung auf Elektron und Positron zum Auftreffen auf beide Detektoren  $D$  führen. Variation des Magnetfeldes ergibt bei konstantem Abstand der Zähler die Energieverteilung dieser Paare als Abbild (im wesentlichen das Produkt aus Spektrum und Paarbildungsquerschnitt) des  $\gamma$ -Spektrums. Lichtstärke

und Auflösungsvermögen eines solchen Apparats werden von mehreren Faktoren bestimmt, die einzeln behandelt werden sollen.

### 2. Die zulässige Breite der Konverterfolie

Die Differenz der Gesamtenergie der beiden Abb. 3 gezeichneten Paare darf nicht größer sein, es das gewünschte Auflösungsvermögen zuläßt:

$$\left. \begin{aligned} \frac{E}{m_0 c^2} &= \varepsilon = \sqrt{1 + \left(\frac{r}{r_0}\right)^2} - 1; \\ 2 \sqrt{1 + \left(\frac{r}{r_0}\right)^2} - \left( \sqrt{1 + \left(\frac{r_1}{r_0}\right)^2} + \sqrt{1 + \left(\frac{2r - r_1}{r_0}\right)^2} \right) &= \frac{\Delta E_\gamma}{m_0 c^2} = \Delta k; \\ r_0 &= \frac{m_0 c}{e \cdot B}; \quad \frac{r_0}{\text{cm}} = \frac{1,7}{B/\text{kGauß}}. \end{aligned} \right\}$$

$r_0$  wird zur Vereinfachung der Formeln als Maß das Magnetfeld eingeführt. Dabei ist  $E$  die kinetische Energie der Elektronen, bzw. Positronen;  $\varepsilon$  die Energie, gemessen in Einheiten der Ruheenergie  $m_0 c^2$ ;  $E_\gamma$  die Energie des  $\gamma$ -Quants;  $k = \frac{E_\gamma}{m_0 c^2}$ ;  $e$  die Elementarladung;  $B$  die magnetische Feldstärke. In guter Näherung findet man

$$\Delta k = \left(\frac{r_0}{r}\right)^2 (r_1 - 1)^2.$$

Dies ist glücklicherweise keine enge Einschränkung für die zulässige Breite der Folie und damit auch die des  $\gamma$ -Strahls.

### 3. Die Winkelverteilung der Paarteilchen und die Apparatefunktion des Paarspektrometers

Da die Elektronenpaare bei ihrer Erzeugung nicht genau in  $\gamma$ -Strahlrichtung weiter fliegen, gibt es eine prinzipielle Grenze für das Auflösungsvermögen. In der  $xy$ -Ebene, in der die Zähler liegen, findet man (siehe Abb. 4)

$$x = 2r \cos \vartheta \approx 2r - r \cdot \vartheta^2;$$

$$y = 2r \sin \vartheta \cos \varphi \cdot \arctg(\tg \vartheta \sin \varphi);$$

$$r = \frac{m_0 c}{B \cdot e} \sqrt{\left(\frac{E}{m_0 c^2} + 1\right)^2 - 1} \approx r_0 (\varepsilon + 1).$$

Die Näherungen gelten für kleine Winkel  $\vartheta$  und  $E \gg m_0 c^2$ , was hier gut erfüllt ist. Die benutzten Symbole sind in Abb. 4 erklärt. Wichtig ist, daß die  $x$ -Koordinate des Auftreffpunktes  $P$  nur vom Winkel des Teilchens gegen die  $\gamma$ -Strahlrichtung abhängt. Die Verteilung dieser Richtungen kann man gut annehmen [10] durch

$$n(\vartheta) d\vartheta = \frac{c_1 \vartheta d\vartheta}{(\vartheta_0^2 + \vartheta^2)^2}; \quad c_1 = \frac{2\vartheta_0^2}{1 - \frac{1}{1 + \left(\frac{\pi}{\vartheta_0}\right)^2}},$$

damit

$$\int_0^\pi n(\vartheta) d\vartheta = 1.$$



von der Größe und der Messung von  $\theta_0$  s. Abschnitt 4. Aus (5) erhält man mit (3a) und (4) die Verteilung in  $x$ -Richtung:

$$n(\varepsilon, r_0, x) dx = \frac{c_1 dx}{2r_0(\varepsilon + 1) \left( \theta_0^2 + 2 - \frac{x}{r_0(\varepsilon + 1)} \right)^2} \quad (6)$$

für  $\varepsilon \geq \frac{x}{2r_0} - 1$ ;

$$n(\varepsilon; r_0; x) dx = 0 \quad \text{für } \varepsilon < \left( \frac{x}{2r_0} - 1 \right). \quad (6a)$$

Das selbe gilt für das Positron. Für die Wahrscheinlichkeit  $n(k, r_0)$  des Nachweises von Elektron und Positron, die aus einem Quant  $k$  gebildet werden mit  $x_1$  zwischen  $x_1$  und  $x_2$  liegenden, in  $y$ -Richtung begrenzten Zählern, erhält man damit:

$$n(k; r_0) = \int_{\varepsilon = \frac{x_1}{2r_0} - 1}^{\varepsilon = k - \left( \frac{x_1}{2r_0} - 1 \right) - 2} n(\varepsilon; r_0) \cdot n(k - \varepsilon - 2; r_0) d\varepsilon. \quad (7)$$

bei

$$n(\varepsilon; r_0) = \int_{x_1}^{x_2} n(\varepsilon; x; r_0) dx$$

$$n(k - \varepsilon - 2; r_0) = \int_{x_1}^{x_2} n(k - \varepsilon - 2; x; r_0) dx$$

beurteilen. Die Auswertung von (7) für festes  $k$  ergibt die Apparatefunktion  $n(k; r_0)$  für sehr hohe Zähler. Wegen der Unstetigkeit von (6a) muß das Integral in Teile zerlegt werden mit den Grenzen bei  $\left( \frac{x_1 + x_2}{4r_0} - 1 \right)$  und  $\left( \frac{x_1}{2r_0} - 1 \right)$ . Die Korrektur auf endliche Zählerdicke folgt in Abschnitt D 2.

Die Dicke der Konverterfolie ist durch die maximale mögliche Vielfachstreuung begrenzt. Die Verteilungen der Paarbildungs- und Vielfachstreuungswinkel sehen verschiedenen [7], [11] aus, ihre Energieabhängigkeit ist aber dieselbe. Eine Faltung beider Verteilungen zeigt, daß der Einfluß der Vielfachstreuung in guter Näherung durch Annahme eines größeren  $\theta_0$  in (5) erfassen kann. Zweckmäßigerweise wählt man die Foliendicke so, daß  $\sigma_{\text{paar}}^2 \approx \sigma_{\text{streu}}^2$ , was einen Kompromiß zwischen maximaler Auflösung und guter Lichtstärke darstellt.

#### A. Die Anforderungen an die Koinzidenzapparatur

Da die  $\gamma$ -Energie nicht in einem festen Verhältnis Elektron und Positron verteilt ist, registriert jeder der beiden Zähler viele Teilchen, zu denen kein Partner gehört, der gleichzeitig den anderen Zähler trifft. Zur Schätzung der Anforderungen an die Koinzidenzapparatur soll das Verhältnis der Zahl der Einzelpulse  $n_i$  eines jeden Zählern zur Zahl der registrierten Koinzidenzen  $n_e$  und die zu erwartende Zahl der zufälligen Koinzidenzen  $n_z$  berechnet werden. Dazu kann man folgende vereinfachende Annahmen machen:

a) Die Häufigkeitsverteilung  $\Phi(k) dk$  der Quanten  $k$  durch

$$\left. \begin{aligned} \Phi(k) dk &= \frac{\Phi_0}{k} dk; & k \leq k_{\text{grenz}} \\ \Phi(k) dk &= 0; & k > k_{\text{grenz}} \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

angenähert.

b) Für den Verlauf des Paarbildungsquerschnittes  $\sigma_p$  ist im Energiebereich 5 bis 30 MeV

$$\sigma_p(E_\gamma) = c_2 \left( \ln \frac{E_\gamma}{\text{MeV}} - 0,9 \right) \quad (9)$$

eine gute Näherung [7].

c) Im gleichen Energiebereich ist jedes Energieaufteilungsverhältnis  $\varepsilon = \frac{E}{k-2}$  zwischen 0 und 1 ungefähr gleich wahrscheinlich [7]:

$$w(\varepsilon) d\varepsilon = \frac{d\varepsilon}{k}. \quad (10)$$

d) Als Apparatefunktion wird ein Rechteck angenommen, das zwischen  $E = E_1$  und  $E = E_2$  den Wert 1 besitzt und außerhalb dieses Intervalls verschwindet.

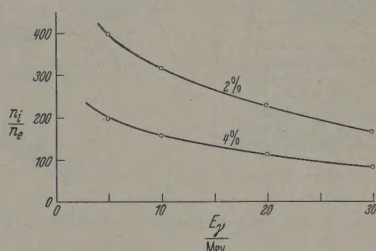


Abb. 5. Das Verhältnis von Einzelimpulszahl  $n_i$  zur Zahl der echten Koinzidenzen  $n_e$  als Funktion der am Spektrometer eingestellten Energie, berechnet für verschiedene Auflösung  $\Delta E/E$  in %, für ein Bremsspektrum mit 32 MeV Grenzenenergie

Mit diesen Annahmen erhält man für die Zahl der Elektronen  $n_i$  im Energieintervall  $E_2 - E_1 = \Delta E$  bei der Elektronenenergie  $\bar{E} = \frac{E_1 + E_2}{2}$  den Wert

$$\left. \begin{aligned} n_i &= \int_{E_1}^{E_2} dE \int_{E_2}^{E_{\text{grenz}}} \Phi(E_\gamma) \sigma_p(E_\gamma) w(\varepsilon) d\varepsilon \\ &= c_2 \{ (\ln \bar{E} + 0,1) - 0,12 \bar{E} \} \frac{\Delta E}{E}. \end{aligned} \right\} \quad (11)$$

Dabei wird  $E_\gamma$  und  $E$  in MeV gemessen;  $E_{\text{grenz}} = 32 \text{ MeV}$ ;  $m_0 c^2$  ist gegen  $E_\gamma$  und  $E$  vernachlässigt.

Integriert man über  $E$  von  $E_1$  bis  $E_2$  und bei symmetrischer Zählerstellung über  $E_\gamma$  von  $2E_1$  bis  $2E_2$ , so erhält man die Zahl der echten Koinzidenzen:

$$n_e = \Phi(\bar{E}_\gamma) \cdot \sigma_p(\bar{E}_\gamma) \cdot w(\bar{E}_\gamma) \cdot \frac{1}{2} (\Delta E)^2; \quad \bar{E}_\gamma = 2 \cdot \bar{E}; \quad (12)$$

das Verhältnis  $n_i/n_e$  wird

$$\frac{n_i}{n_e} = \frac{8 \{ (\ln \bar{E} + 0,1) - 0,12 \bar{E} \}}{\ln \bar{E} - 0,2} \cdot \left( \frac{\bar{E}}{\Delta E} \right), \quad (13)$$

dargestellt in Abb. 5, für eine Grenzenenergie von 32 MeV. Die Vereinfachungen [besonders a) und c)] machen die Kurven am oberen Ende ungenau, doch sind sie — wie das Experiment zeigt — zur Berechnung der zufälligen Koinzidenzen gut geeignet.

Allgemein erhält man die Zahl der zufälligen Koinzidenzen  $n_z$  pro Sekunde aus dem zeitlichen Auflösungsvermögen der Koinzidenzschaltung  $\tau$  (sec) und den Zählgeschwindigkeiten  $n_1$  (sec<sup>-1</sup>) und  $n_2$  (sec<sup>-1</sup>) der beiden Zähler

$$n_z = 2\tau n_1 \cdot n_2 \text{ (sec}^{-1}\text{)}. \quad (14)$$



Setzt man hierin  $n_1 = n_2 = n_i$  und benutzt  $n_i/n_e$  aus (13), so erhält man

$$n_e = \frac{\alpha}{2\tau} \cdot \left(\frac{n_z}{n_e}\right) \cdot \left(\frac{n_i}{n_e}\right)^{-2} (\text{sec}^{-1}). \quad (15)$$

Der Faktor  $\alpha$  wurde in (15) ergänzt. Durch ihn wird die Reduktion der Zählgeschwindigkeit wegen der intermittierenden Betatronstrahlung berücksichtigt:

$$\alpha = \frac{t_\gamma / \mu s}{2 \cdot 10^4} \approx 10^{-3}; \quad t_\gamma \text{ ist die Dauer eines } \gamma\text{-Blitzes.}$$

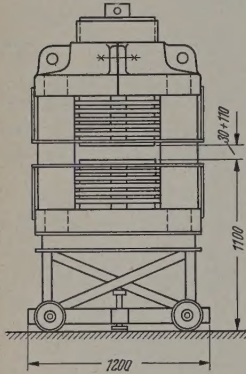


Abb. 6

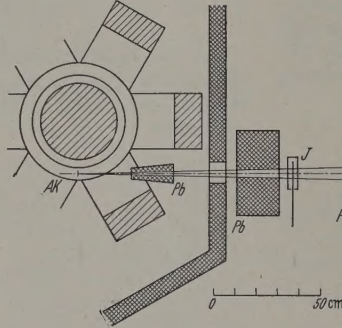


Abb. 7

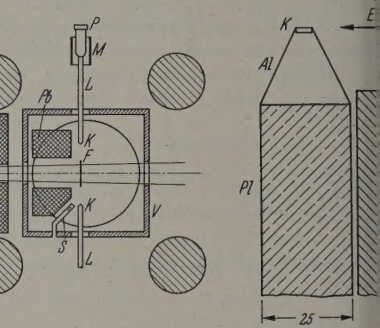


Abb. 8

Abb. 6. Elektromagnet mit verstellbarem Polschuhabstand. Erregung mittels elektronisch geregelter 3 Phasen-Thyatrongleichrichtung, max. 5 kV. Luftkühlung

Abb. 7. Waagerechter Schnitt durch das Paarspektrometer. A.K. Antikathode des Betatrons; Pb Bleiblenzen; V Vakuumpammer; F Konverterfolie; K Kristalle mit L Lichtleiter und P Photozelle FS 9 A; M magnetische Abschirmung; I Ionisationskammer zur Dosierung; S Sonde zur Magnetfeldmessung

Abb. 8. Der Kristall K, 1,5 x 3 x 60 mm, wird von Al-Folie Al 25 mm vor dem Plexiglaslichtleiter Pl gehalten, dessen vorderer Querschnitt von 25 x 70 mm sich zur Photozelle hin auf 23 mm  $\Phi$  verjüngt. Bleibabschirmung Pb verhindert Čerenkow-Strahlung im Plexiglas; EL Elektronenrichtung

Bei 32 MeV Grenzenergie, Einstellung des Spektrometers auf 10 MeV und  $\tau = 5 \cdot 10^{-9}$  sec muß man  $n_z = n_e$  zulassen, um auf eine Zählgeschwindigkeit von 5 pro Sekunde zu kommen. Eine Bestimmung von  $n_z$  ist demnach prinzipiell nicht zu umgehen. Dies ist das wichtige Ergebnis dieser Abschätzung.

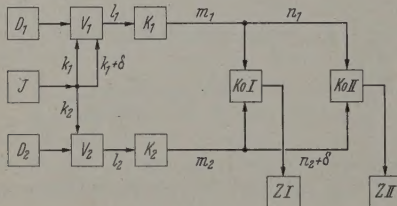


Abb. 9. Blockschaltbild der benutzten Anordnung. Die Signale der beiden Detektoren  $D_{1,2}$  werden in den Vorverstärkern  $V_{1,2}$  und den Kettenverstärkern  $K_{1,2}$  (Anstiegszeit  $4 \cdot 10^{-9}$  sec; Verstärkung 50fach) geformt und verstärkt („Rechteck“ mit  $7 \cdot 10^{-9}$  sec Dauer) und den Koinzidenzstufen  $Ko I, II$  zugeführt. Die Prüfpulse des Impulsgenerators  $I$  (Hs-Relais) durchlaufen die gleichen Wege. Die mit  $k_1, l_1, m, n$  bezeichneten Verbindungen sind Koaxialkabel bestimmter Laufzeit. Es gilt:  $k_1 = k_2$ ;  $l_1 = l_2$ ;  $m_1 = m_2 = 1,8 \cdot 10^{-9}$  sec zum Ausgleich der Elektronenlaufzeit in den Koinzidenzröhren 6 BN 6 [13];  $n_1 = n_2$ ;  $\delta = 10^{-8}$  sec, verschieden wählbar.  $Z I$  registriert  $(n_2 + n_e)$ ,  $Z II$   $n_e$ . Die in  $Z I$  und  $Z II$  enthaltenen Impulshöhen Diskriminatoren werden durch Einstellen auf die Prüfpulse-„Koinzidenzen“ so justiert, daß  $\tau_1$  gleich  $\tau_2$  wird. Nicht eingezeichnete Torschaltungen verhindern die Zählung von Injektionsstörungen und Prüfpulsen

### C. Experimentelle Anordnung

Das Magnetfeld wurde durch einen Elektromagneten<sup>1</sup> mit 50 cm Polschuhdurchmesser und 9 cm Polschuhabstand erzeugt (s. Abb. 6). Die maximale Feldstärke beträgt bei diesem Abstand 8 kGauß. Durch Aufsuchen der Protonenresonanzfrequenz [12]

<sup>1</sup> Hersteller: BBC Mannheim.

bei verschiedenen Magnetfeldstärken wurde eine H-Sonde<sup>2</sup> geeicht. Die beiden Polschuhe bildeten Teil von Boden und Deckel einer quadratischen, geschweißen Vakuumpammer aus V2A-Stahl<sup>3</sup>. Sie sind in großen Simmerringen<sup>4</sup> drehbar gegen die Kammer abgedichtet.

Die Konverterfolie (10  $\mu$  Pt) steht etwa in Mitte des Magnetfeldes. Abb. 7 zeigt einen waagerechten Schnitt durch Betatron und Magneten Strahlengang. Am Ort der Folie  $F$  besitzt der

geblendete Strahl  $1 \times 4$  cm<sup>2</sup> Querschnitt. Die organischen Kristalle<sup>5</sup> mit ihren Fassungen sind in Abb. 8 eingezeichnet. Ihre Schmalseite definiert den Eintrittspunkt des Detektors. Im Elektronen- und Positronenstrahlengang wurden keine Aperturblenden benutzt.

Wegen der oben abgeleiteten Forderung nach Messung der zufälligen Koinzidenzen  $n_z$  wurden zwei Koinzidenzstufen so parallel geschaltet, daß die eine  $(n_2 + n_e)$ , die andere  $n_z$  simultan mißt. Die notwendige Voraussetzung genau gleicher Koinzidenztrennzeiten wurde mit einem in den Betatronstrahlpausen 100 Hz eingekoppelten Prüfpuls während der Messung überprüft und, wenn nötig, korrigiert. Das gehörige Blockschaltbild zeigt Abb. 9. Durch wiederholte Kontrollmessungen (Variation von  $\gamma$ -Strahlintensität und Verzögerungskabel  $\delta$ ) wurde das zuverlässige Funktionieren der Schaltung sichergestellt.

Die in Abb. 7 eingezeichnete Durchstrahlung ionisationskammer dient in Verbindung mit einem Elektrometervverstärker<sup>6</sup> und Schreiber als Meßgerät für die  $\gamma$ -Strahlendosis. Die am Auffänger gesammelte Ladung wurde vom Ausgang des Schreibers<sup>7</sup> kompensiert. So blieb der Auffänger auf Erdpotential. Es konnte keine Störung der Anzeige durch die Strahlung beobachtet werden, die das lange Verkabelungskabel zwischen Kammer und Elektrometer trieb.

<sup>2</sup> Hersteller: Siemens Schuckert, München.

<sup>3</sup> Hersteller: C. Canzler, Düren.

<sup>4</sup> Wir danken der Firma C. Freudenberg, Weinheim, die kostenlose Überlassung der Ringe.

<sup>5</sup> Hersteller: National Radiaac, USA.

<sup>6</sup> Als Elektrometerröhre bewährte sich eine Type 959 Steuerung am Bremsgitter.

<sup>7</sup> „Enograph“ von Rhode und Schwarz.



## D. Korrekturen

### 1. Totzeit

Die Trennzeit der verwendeten Untersetzer [14] ( $10^{-7}$  sec) ist so klein, daß sich selbst bei den größten Einzidenzzählgeschwindigkeiten eine Korrektur erübrigte.

### 2. Endliche Zählerhöhe

Das Anwachsen von  $\vartheta_0$  mit abnehmender Energie ist immer mehr Teilchen in  $y$ -Richtung (s. Abb. 4) an den Zählern vorbeifliegen. Wegen der relativ langsamen Änderung von  $\vartheta_0$  kann man die endliche Zählerhöhe nach den Integrationen (7) als Korrekturfaktor  $k_1$  berücksichtigen. Die Unsicherheit in der theoretischen Bestimmung von  $\vartheta_0$  in (5) macht eine experimentelle Bestimmung von  $k_1$  erforderlich. Die Verteilung (5) der Eichtungen der Bahntangenten beim Austritt aus der Folie kann man durch die Verteilung der Durchstoßpunkte auf der Hilfsebene ( $\xi, \eta$ ) im Abstand  $l$  von der Folie ersetzen:  $n(\xi, \eta) d\xi d\eta$ . Durch Integration über  $\xi$  erhält man  $n(\eta) d\eta$ , was bis auf einen konstanten Faktor die Verteilung  $n(y) dy$  der Auftreffpunkte der Elektronen auf die Zählerebene wiedergibt:

$$\left. \begin{aligned} (\vartheta) d\vartheta &= \frac{c_1 \vartheta d\vartheta}{(\vartheta_0^2 + \vartheta^2)^2} = \frac{c_1 d\xi d\eta}{2\pi(\vartheta_0^2 + \xi^2 + \eta^2)^2}; \\ (\eta) d\eta &= \frac{c_1}{2\pi} \int_{-\xi=0}^{\infty} \frac{d\eta d\xi}{(\vartheta_0^2 + \xi^2 + \eta^2)^2} = \frac{c_1 d\eta}{8(\vartheta_0^2 + \eta^2)^{\frac{3}{2}}} \end{aligned} \right\} \quad (16)$$

$n(y) dy$  wurde durch Einsetzen von Bleiblen in verschiedenen Höhe  $y$  vor einen Zähler gemessen. Die den (kleinen) Einfluß von  $\gamma$ -Strahlen-Fleck-Höhe (cm) und Blendenöffnung (0,5 cm) korrigierten Meßkurven sind in Abb. 10a–c für drei verschiedene Elektronenenergien dargestellt. Durch Messen der Teilchen einer Energie in verschiedenen Abständen  $x$  und damit verschiedener Höhe  $y$  auf dem Detektor wurde die Ansprechwahrscheinlichkeit  $f(y)$  der Zähler bestimmt, s. Abb. 10d. Hieraus wurde  $k_1$  berechnet:

$$k_1 = \frac{\int_0^{\infty} n(y) \cdot f(y) dy}{\int_0^{\infty} n(y) dy} \quad (17)$$

Bei wurde die Meßkurve  $n(y) dy$  durch eine Kurve der Form (16) angenähert, was bei allen Energien durch Wahl eines passenden Winkels  $\vartheta_0$  sehr gut zu erreichen war. Das Ergebnis zeigt Abb. 11. Die Anwendung der gleichen Korrektur auf den anderen Zähler setzt voraus, daß die Verteilungen der beiden Teilchen völlig unabhängig voneinander sind. Dies ist streng nicht richtig [5], [7], wegen des vom Kern aufgenommenen Impulses und wegen der Vielfachstreuung in der Folie aer, wie eine Abschätzung zeigt, zur Bestimmung dieser Korrektur ausreichend gut erfüllt.

### 3. Apparatefunktion, Auflösung

Die nach (7) mit dem empirisch aus  $n(y) dy$  ermittelten  $\vartheta_0(E_\gamma)$  für die beschriebene Anordnung berechneten Apparatefunktionen sind für verschiedene Energien in Abb. 12 dargestellt. Eine direkte experimentelle Prüfung dieser Kurven war nicht möglich, weil keine monochromatische  $\gamma$ -Strahlenquelle ausreichender Intensität zur Verfügung stand.

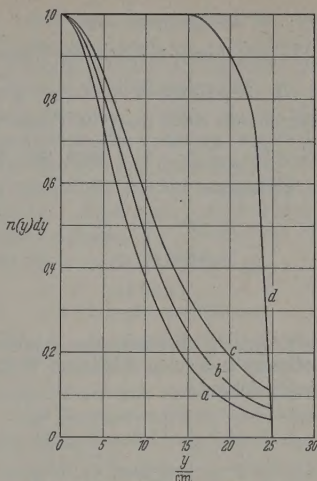


Abb. 10. a–c Experimentelle Kurven  $n(y) dy$  für  $E = 27,4$  MeV (a); 23,1 MeV (b); 18,8 MeV (c) bei  $x_1 = 11$  cm. d Ansprechwahrscheinlichkeit der Zähler  $f(y)$

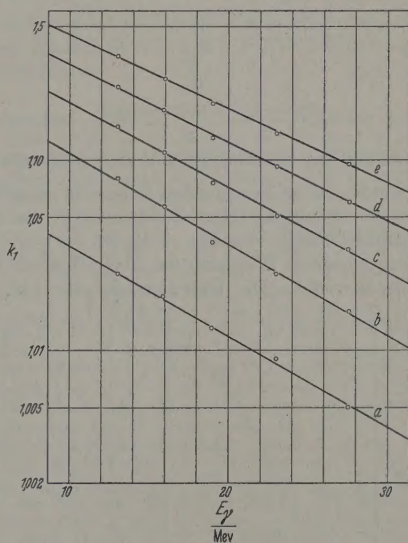


Abb. 11. a–d  $k_1(E_\gamma)$  für  $4r = 10$  cm (a); 15 cm (b); 20 cm (c); 30 cm (d).  $r$  wie in Abb. 3 definiert

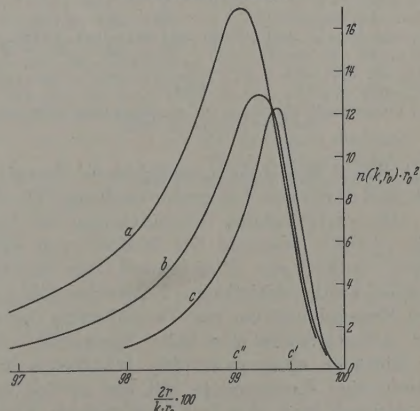


Abb. 12. Berechnete Apparatefunktionen für  $x_1 = 150$  mm;  $x_2 = 151,5$  mm;  $E = 11$  MeV (a); 21 MeV (b); 31 MeV (c). Die Größen  $k, r_0$  sind in (4) definiert. Wegen der unstetigen Funktion  $n(\epsilon; r_0; x)$ , siehe (6), wurde die Integration (7) bei  $c'$  und  $c''$  in 3 Teile zerlegt

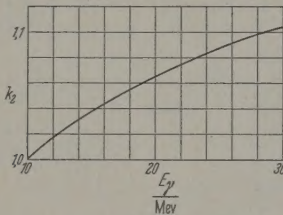


## 4. Energieaufteilung

HEITLER [7] berechnete die Zahl der Paare  $n(\kappa) d\kappa$  als Funktion der Energieaufteilung  $\kappa = \frac{\varepsilon}{k-2}$ . Mit dem Paarspektrometer mißt man die Paare im Intervall  $\frac{x_1}{x_1+x_2} \leq \kappa \leq \frac{x_2}{x_1+x_2}$ .  $x_{1,2}$  sind die Detektorgrenzen. Das Verhältnis

$$k_2 = \frac{\int_{x_1/x_1+x_2}^{x_2/x_1+x_2} n(\kappa) d\kappa}{\int_0^1 n(\kappa) d\kappa} \quad (18)$$

hängt schwach von der Energie ab.  $n(\kappa) d\kappa$  wurde empirisch bestimmt<sup>1</sup>. Der so erhaltene Faktor  $k_2$  ist in Abb. 13 eingezeichnet.

Abb. 13.  $k_2(E_\gamma)$ , Korrekturfaktor

## E. Messung des Bremspektrums und Auswertung

Es wurde die im evakuierten Ringrohr eingebaute Antikathode benutzt. Ihre Flächendichte in Elektronenstrahlrichtung beträgt  $3,5 \text{ g/cm}^2$  Pt-Ir. Die Strahlung wurde in Richtung der auftreffenden Elektronen beobachtet. Die Grenzenergie war auf 95%

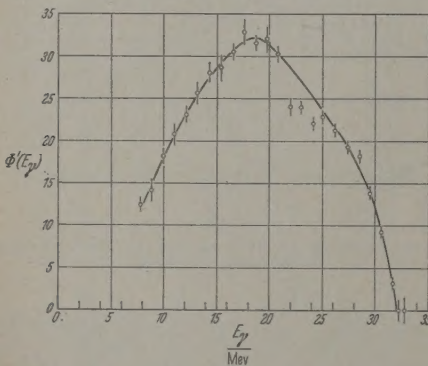


Abb. 14. Unkorrigierte Meßkurve. Die eingezeichneten Fehler sind die mittleren statistischen Fehler

der mit diesem Betatron typ erreichbaren Energie eingestellt und durch eine Integratorschaltung [15] stabilisiert. Die verbleibenden Schwankungen der Grenzenergie ( $\pm 0,3\%$  während der Meßzeit von einigen Stunden) tragen zur Unsicherheit der Meßkurve weniger bei als die statistischen Fehler der Zählungen.

Der Expansionsstrom zur Vergrößerung des Sollkreises, normalerweise eine halbe Sinuswelle, erhielt durch Einfügen eines passenden LC-Gliedes in die Schaltung eine Komponente mit der dritten Oberwelle, wodurch man eine mehr rechteckige Kurven-

<sup>1</sup> Die Ergebnisse werden zusammen mit Winkelverteilungsmessungen publiziert werden.

form und eine Verlängerung des  $\gamma$ -Blitzes ( $80 \mu\text{s}$  gegenüber  $20 \mu\text{s}$ ) erhält. Damit wurde nach (15) die Zahl der zufälligen Koinzidenzen reduziert. Das Verhältnis  $n_e/n_z$  lag zwischen 1 und 3.

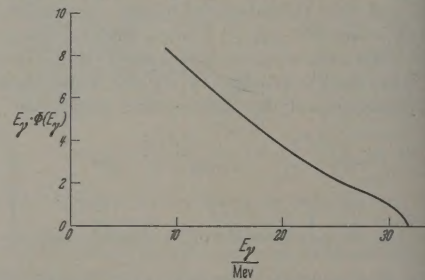
Aus der gemessenen Kurve  $\Phi'(E_\gamma)$ , s. Abb. 14, wurde unter Berücksichtigung der Apparatfunktion  $n(E_\gamma, r_0)$  (Abb. 12) und der übrigen Korrekturen das Bremspektrum  $\Phi(E_\gamma)$  durch numerische und graphische Integration bestimmt (s. Abb. 15):

$$k_1 \cdot k_2 \cdot \Phi'(E_\gamma, r_0) = \int_0^\infty \sigma_p(E_\gamma) \Phi(E_\gamma) n(E_\gamma, r_0) dE_\gamma.$$

$\sigma_p$  wurde den besten bekannten Tabellen [9] entnommen.

## F. Diskussion

SOMMERFELD [16] berechnete für den nichtrelativistischen Fall den Wirkungsquerschnitt der Bremsstrahlungserzeugung exakt in differentieller Form.

Abb. 15. Bremspektrum  $E_\gamma \cdot \Phi(E_\gamma)$ ; berechnet nach (19) mit der Meßkurve Abb. 14

Form. WIEDEMANN und KIRKPATRICK [17] integrierten über den Elektronenwinkel und erhielten  $d^2\sigma/d\Omega dE_\gamma$ . Bei größeren Energien  $E_{el} \approx m_0 c^2$  oder größer als  $m_0 c^2$  müssen die vollständigen Diracschen Wellenfunktionen benutzt werden. Außerdem wird die Abschirmung des Kernfeldes durch die Hüllenelektronen mit wachsender Energie und  $Z$  immer mehr bemerkbar. Im Rahmen der Bornsche Näherung findet SAUTER [18] eine Lösung für Energie- und Winkelverteilungen, jedoch ohne Abschirmung. GLÜCKSTERN und HULL [19] geben dazu eine grobe Abschätzung für kleine Energien. SCHIEFF [20] integrierte den differentiellen Bethe-Heitler-Wirkungsquerschnitt über die Winkelverteilung des wegfliegenden Elektrons und berücksichtigt die

Abschirmung durch ein Potential  $\frac{Z \cdot e}{r} \cdot e^{-\frac{r}{a}}$ . BETHE und MAXIMON [8] errechneten ohne Bornsche Näherung die Wirkungsquerschnitte für extrem relativistische Energien. OLSEN [21] bemerkt hierzu, daß die Berücksichtigung der Abschirmung an der Form des Spektrums nichts Wesentliches ändert. Dies alles gilt für den Elementarvorgang der Bremsstrahlungserzeugung, also nur für sehr dünne Antikathoden.

Bei dickeren Antikathoden stört zunächst die Vielfachstreuung der Elektronen im Antikathodenmaterial die ursprüngliche Winkelverteilung der  $\gamma$ -Strahlen. Ein Maß für den Einfluß der Vielfachstreuung gibt der Vergleich von  $\frac{m_0 c^2}{E}$  mit dem mittleren Vielfachstreuungswinkel  $\chi_c \cdot \sqrt{B}$  nach MOLIÈRE [22]. Für eine Platin-Antikathode wird bereits bei einer

Dicke von einigen  $\mu$   $\chi_c \cdot \sqrt{B}$  annähernd gleich dem mittleren Vielfachstreuungswinkel  $\chi_c \cdot \sqrt{B}$  erreicht.

Für eine Platin-Antikathode wird bereits bei einer Dicke von einigen  $\mu$   $\chi_c \cdot \sqrt{B}$  annähernd gleich dem mittleren Vielfachstreuungswinkel  $\chi_c \cdot \sqrt{B}$  erreicht.



SIRLIN [22] kombinierte das Schiffsche Spektrum mit einer Näherung der Moliereschen Vielfachstreuungstheorie. Dabei auftretende Parameter  $\lambda = \left(\frac{E}{m_0 c^2}\right)^{-2}$  besitzt für die bei dieser Arbeit benutzte Antikathode etwa den Wert 1/500. Dies bedeutet, daß die Winkelverteilung der Röntgenbremsstrahlung überwiegend durch die Vielfachstreuung der Elektronen in der Antikathode bestimmt ist. Eine Winkelverteilungsmessung der Röntgenstrahlenintensität ergab den Halbwertsinkel zu  $6,5^\circ$  in Übereinstimmung mit diesen Überlegungen. Die von SIRLIN berechneten

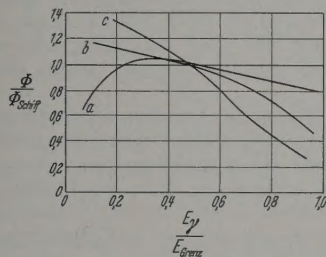


Abb. 16. Vergleich von Bremspektren mit der Schiff'schen [20] Theorie: a) Messungen von STARFELT und KOCH [1] bei 4,5 und 9,66 MeV und 5,8 g/cm<sup>2</sup> Antikathode; c) diese Arbeit, 32 MeV und 3,6 g/cm<sup>2</sup>

Spektren unterscheiden sich nur wenig vom Schiffspektrum, integriert über alle Winkel der emittierten Quanten. HISDAL [23] erhält durch numerische Integration Korrekturfaktoren zu diesem integrierten Schiff-Spektrum. Dabei wird die Vielfachstreuung für verschieden dicke Platinantikathoden berücksichtigt. Ein weiterer Einfluß auf die Form des erzeugten Bremsspektrums resultiert bei der hier verwendeten dicken Antikathode aus den Energieverlusten der Elektronen durch Ionisation und Anregung und durch Erzeugung von Bremsstrahlung im Antikathodenmaterial. Eine näherungsweise Berechnung hierzu stammt von WILSON [24]. Er kommt zu dem Ergebnis, daß man zur Berücksichtigung dieser Energieverluste das Spektrum  $\Phi(E, E_{\text{grenz}})$  gut durch ein  $\Phi(E, E_{\text{grenz}} - \Delta)$  annähern kann. Dabei ist  $\Delta$  die Hälfte des Energieverlustes der Elektronen beim Durchgang durch die Antikathode, in unserem Falle 2,5 MeV. Dieses summarische Verfahren ist aber nur dann annähernd richtig, wenn man die gesamte emittierte Strahlung betrachtet und nicht, wie beim vorliegenden Versuch, nur die Intensität in einem engen Winkelbereich ( $\pm 0,7^\circ$ ) in Primärrichtung der Elektronen.

Da demnach noch keine exakte Berechnung des Bremsspektrums für den vorliegenden Fall vorhanden ist, schließen wir uns dem Vorgang von STARFELT und KOCH [1] an und vergleichen das gemessene Spektrum

mit der Schiff'schen [20] Kurve für den Emissionswinkel  $0^\circ$ . In Abb. 16 ist das Verhältnis der Meßkurve zum Schiff'schen Spektrum dargestellt, zusammen mit den Ergebnissen von KOCH [1] bei 4,5 und 9,7 MeV. Wie zu erwarten war, werden die bei kleineren Energien vorhandenen Abweichungen wegen der zunehmenden Energieverluste und der Absorption der  $\gamma$ -Strahlen in der Antikathode stärker ausgeprägt. Dies ist bei der eingangs erwähnten Auswertung von  $(\gamma, n)$ -Anregungsfunktionen — besonders oberhalb der Riesenresonanz — zu beachten.

### Zusammenfassung

Mit einem magnetischen Paarspektrometer guter Lichtstärke und etwa 2% Auflösung wird ein Betatronbremsspektrum aus einer dicken Antikathode gemessen. Das Ergebnis wird mit der Form des Bremsspektrums nach SCHIFF verglichen.

In Dankbarkeit gedenke ich meines hochverehrten Lehrers, Professor Dr. CHR. GERTHSEN, der leider den Abschluß dieser Arbeit nicht mehr erleben konnte.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und der Firma Brown Boveri u. Co danke ich für materielle Unterstützung.

**Literatur:** [1] KOCH, H.W., and N. STARFELT: Phys. Rev. **102**, 1598 (1956). — [2] MOTZ, J.W., W. MILLER and H.O. WYCKOFF: Phys. Rev. **89**, 968 (1952). — [3] GROSHV, L.V. e. a.: Proc. intern. conf. atomic energy, Genf **2**, 39 (1955). — [4] ULMER, K., u. B. ZIEGLER: Z. angew. Phys. **8**, 49 (1956). — [5] WALKER, R.L., and B.D. MCDANIEL: Phys. Rev. **74**, 315 (1948). — KINSEY, B.B., and G.A. BARTHOLOMEW: Canad. J. Phys. **31**, 537 (1953). — [6] FOOTE, R.S., and H.W. KOCH: Rev. Sci. Instrum. **25**, 746 (1954). — [7] HEITLER, W.: The Quantum Theory of Radiation. Oxford 1954. — [8] BETHE, H.A., and L.C. MAXIMON: Phys. Rev. **93**, 768 (1954). — DAVIES, H., H.A. BETHE and L.C. MAXIMON: Phys. Rev. **93**, 788 (1954). — [9] DAVISSON, CH.M.: Interaction of  $\gamma$ -Radiation with Matter in „Beta- and Gamma-Ray Spectroscopy“ herausgeg. von K. SIEGBAHN. Amsterdam 1955. — [10] HEITLER, W.: Proc. Roy. Soc. Lond., Ser. A **146**, 83 (1934). — [11] MOLIERE, G.: Z. Naturforsch. **2a**, 133 (1947); **3a**, 78 (1948). — [12] KNOEBEL, H.W., and E.L. HAHN: Rev. Sci. Instrum. **22**, 904 (1951). — [13] FISCHER, J., and J. MARSHALL: Rev. Sci. Instrum. **23**, 417 (1952). — [14] FITCH, V.: Rev. Sci. Instrum. **20**, 942 (1950). — [15] KATZ, L. e. a.: Canad. J. Res. A **28**, 113 (1949). — [16] SOMMERFELD, A.: Ann. Phys. **11**, 257 (1931). — Atombau und Spektrallinien. Braunschweig 1951. — [17] KIRKPATRICK, P., and L. WIEDEMANN: Phys. Rev. **67**, 321 (1945). — [18] SAUTER, F.: Ann. der Phys. **20**, 404 (1934). — [19] GLUCKSTERN, R.L., and M.H. HULL: Phys. Rev. **90**, 1030 (1953). — [20] SCHIFF, L.I.: Phys. Rev. **83**, 252 (1951). — [21] OLSEN, H.: Phys. Rev. **99**, 1335 (1955). — [22] SIRLIN, A.: Phys. Rev. **106**, 637 (1957). — [24] WILSON, R.: Proc. Phys. Soc. Lond. A **66**, 638 (1953). — [23] HISDAL, E.: Phys. Rev. **105**, 1821 (1956).

Dr. BERNHARD ZIEGLER,  
Physikalisches Institut  
der Technischen Hochschule Karlsruhe



# Röntgen-Interferenz-Messungen mit Proportional-Zählrohr und Einkanal-Diskriminator

Von ADOLF TROST

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. Mai 1958)

Aufbauend auf Entwicklungen, die bis 1940 zurückreichen [1], wurden sowohl in Deutschland [2] wie auch in den USA [3] Einrichtungen für Interferenzmessungen mit Geiger-Zählrohren beschrieben, die eine große Verbreitung gefunden haben. Die normalen, im Auslösebereich betriebenen Zählrohre sind allerdings wegen ihres begrenzten Auflösungsvermögens von etwa  $10^{-4}$  sec nur zum Ausmessen schwacher oder mittelstarker Linien geeignet; deshalb wurde vom Verfasser eine spezielle Betriebsweise entwickelt [4], die auch mit Geiger-Zählern bis über  $10^5$  Stöße/sec aufzulösen gestattet.

In den Interferenzdiagrammen stört bei stark streuenden Präparaten und schwachen Linien der Streuuntergrund. Seine Beseitigung durch einen Monochromator gelingt nur unter erheblicher Einbuße an Intensität. Deshalb schlagen ARNDT und RILEY [5] schon 1952 die Verwendung von Proportional-Zählrohren in Verbindung mit Einkanal-Diskriminatoren vor. Da nämlich der Streugrund zum großen Teil durch Strahlen verursacht wird, die eine andere Quantenenergie als die benutzte Eigenstrahlung haben, kann man mit einem Einkanal-Diskriminator, der auf die Eigenstrahlung eingestellt wird, den Untergrund gegenüber den Linien stark unterdrücken. Einrichtungen



Abb. 1. Das Proportional-Zählrohr 1Z 10/P mit seitlichem Fenster  $3 \times 25$  mm

dieser Art wurden in den letzten Jahren an verschiedenen Stellen, vor allem in den Philips Laboratories und im Labor Prof. Berthold in Wildbad, entwickelt. PARRISH und KOHLER [6] sowie DOWLING, HENDEE, KOHLER und PARRISH [7] haben ausführlich über Einkanalmessungen an Röntgeninterferenz-Linien berichtet, die mit dem „Norelco“-Gerät der Philips Laboratories und mit Proportionalzählern sowie Szintillometern ausgeführt wurden. Die beiden Meßorgane unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Ansprechempfindlichkeit und ihres Energieauflösungsvermögens. Die Empfindlichkeit des Szintillometers ist, besonders im kurzwelligen Gebiet, z.B. für MoK-Strahlung, größer als die des Proportionalzählers, dagegen ist seine Energieauflösung schlechter. Trägt man die Häufigkeit der Impulse, die für eine bestimmte Wellenlänge erhalten werden, in Abhängigkeit von ihrer Größe auf, so erhält man eine Kurve mit einer endlichen Halbwertbreite. Das Verhältnis dieser Halbwertbreite (HWB) zur mittleren Impulsgröße ist ein Maß für die Energieauflösung des Systems. PARRISH und KOHLER geben für CuK-Strahlung eine HWB von 20% für den Proportionalzähler und von 50% für das Szintillometer an. Sie messen ferner für ein bestimmtes Pulverpräparat (Silikon) das Verhältnis Linie zu

Untergrund bei einer Kanalbreite, welche die angezeigte Linienintensität um 10% reduziert, und wählen als willkürliches Maß für die Güte des Meßorgans das Produkt aus Empfindlichkeit und dem Verhältnis Linie zu Untergrund. Bei dieser sehr subjektiven Bewertung erhalten sie nicht nur für MoK-Strahlung sondern auch für CuK-Strahlung höhere „Gütefaktoren“ für das Szintillometer als für den Proportionalzähler.

Einen Vergleich zwischen Szintillometer und Geiger-Zähler führten MÖLLER und BRASSE [8] durch. Leider ziehen sie zum Vergleich ganz ungeeignete Geiger-Zähler heran: sie geben als Empfindlichkeitsverhältnis zwischen Zählrohr und Szintillometer sowohl für MoK- als auch für CoK-Strahlung das Verhältnis 1:10 an, obwohl schon die 1941 von LINDMANN und TROST beschriebenen Zählrohre eine Absolutempfindlichkeit für CoK-Strahlung von 50 hatten! Außerdem wird als wesentlicher Nachteil des Zählrohres das schlechte Auflösungsvermögen von  $10^{-4}$  sec angeführt, obwohl bekannt ist, daß sich auch mit Geiger-Zählern ein mindestens 10mal höheres Auflösungsvermögen erreichen läßt.

Bei eigenen Untersuchungen mit Proportionalzählern und Einkanal-Diskriminatoren des Labor. Prof. Berthold ergab sich eine wesentlich bessere Energieauflösung und eine etwas größere Empfindlichkeit als bei PARRISH u. Mitarb. Damit würden sich z.B. bei CuK-Strahlung höhere „Gütefaktoren“ für den Proportionalzähler als für das Szintillometer errechnen, wenn man diesen willkürlichen Maßstab beibehalten wollte. Über diese Untersuchungen sei im folgenden berichtet.

## Das Proportional-Zählrohr

Abb. 1 zeigt das benutzte Zählrohr. Die Strahlung tritt durch das seitlich angebrachte Fenster ( $3 \times 25$  mm) ein, das mit  $10 \mu$  dicker Glimmerfolie abgedeckt ist, die innen einen leitenden Überzug trägt. Der Innendurchmesser des Rohres (Strahlungsweg) beträgt 24 mm, der Drahtdurchmesser 0,2 mm auf einer Länge von 55 mm. Um möglichst homogene Feldverhältnisse im Mittelteil des Drahtes zu erhalten, läuft der Draht in verdickten Enden aus. Als Kathodenmaterial wurde Aluminium gewählt, damit der nichtabsorbierte Strahlenanteil an der dem Fenster gegenüberliegenden Kathodenwand keine störende Eigenstrahlung auslösen kann. Der Draht ist nicht genau in der Zählrohrachse, sondern um 1 mm seitlich versetzt geführt, damit er nicht vom einfallenden Strahl getroffen und dadurch, insbesondere bei kleiner Spaltbreite, Fehlwerte bei Intensitätsmessungen verursacht werden könnte. Als Zählrohrfüllung wurde für Cr-, Co-, Fe- und CuK $_{\alpha}$ -Strahlung 300 mm Xenon und 12 mm Methylen gewählt. Aus den von TAYLOR und PARRISH [9] angegebenen Kurven für den Massenabsorptionskoeffizienten ergibt sich für CuK $_{\alpha}$ -Strahlung eine Absorption im Füllgas von 78% der durch das Fenster ein-



etenen Quanten. Da die Absorption im Fenster betr agt, werden 70% aller auffallenden Quanten in Z hlung ausgenutzt.

### Verst rker und Diskriminator

Will man mit dem Proportionalz hler eine ein-  
dfreie Proportionalverst rkung der Impulse er-  
hen, so mu  man gen gend weit unterhalb der  
satzspannung des Geiger-Bereiches arbeiten. Im  
ger-Bereich werden alle Impulse unabh ngig von  
Energie der ausl senden R ntgenquanten auf  
e Gr  e verst rkt, der Verst rkungsfaktor ist  
umgekehrt proportional zur Quantenenergie. Im  
proportionalbereich dagegen ist die Impulsgr  e pro-  
portional zur Quantenenergie, der Verst rkungsfaktor  
abgesehen von kleinen statistischen Schwankungen,  
stant. Im  bergangsbereich ist der Verst rkungs-  
faktor auch bei Quanten gleicher Energie nicht ein-  
f ch, seine statistische Schwankung ist gro ; der  
 bergangsbereich eignet sich somit nicht f r Impuls-  
messungen.

Eine Abgrenzung der Bereiche ergibt sich, wenn  
Z hrohrstrom bei einer bestimmten Einstrahlung  
arithmisch in Abh ngigkeit von der Spannung  
getragen wird. Abb. 2 zeigt eine solche Z hrohr-  
trakteristik, aufgenommen bei 1000 Imp/sec. Im  
proportionalbereich erh lt man im logarithmischen  
Bstab einen linearen Anstieg mit der Spannung,  
 bergangsbereich nimmt die Steigung zu und im  
entlichen Geiger-Bereich wird sie wieder kontinu-  
lich kleiner (im normalen Ma stab lineare Zunahme  
steigender Spannung). Bei dem benutzten Pro-  
portional-Z hrohr reicht der Proportionalbereich bis  
ra 2200 V, der Strom, bzw. die Impulsgr  e, nimmt  
Volt um 0,9% zu. Der  bergangsbereich ist wegen  
hohen Xenondruckes sehr breit; auch bei 2400 V  
der eigentliche Geiger-Bereich noch nicht erreicht.

Will man Impulsgr  enmessungen auch bei sehr  
en sekundlichen Sto zahlen durchf hren, so ist  
Einflu  der positiven Raumladung um den Z hl-  
ht als Folge der Entladungen zu beachten. Sie  
zt die Feldst rke am Z hl draht herab und vermin-  
t dadurch die Impulsgr  e, d.h. bei steigender  
o zahl wird die Impulsgr  e kleiner. Da die St rke  
Raumladung mit der Z hrohrspannung steigt,  
pfeht es sich, bei m glichst kleiner Spannung zu  
eiten. Kleinere Spannung erfordert aber gr  ere  
verst rkung, deren Begrenzung im Verst rkerrauschen  
gt, das gen gend klein gegen ber der Impulsgr  e  
 ben mu . Um den Rauschpegel klein zu halten,  
d nur ein enges Frequenzband verst rkt; die Zeit-  
stante des RC-Gliedes f r den Impulsanstieg be-  
agt 0,3  $\mu$ sec, die f r den Abfall 0,7  $\mu$ sec. Da ferner  
Sto gr  e am Z hl draht umgekehrt proportional  
Kapazit t des Systems ist, wurde das Z hlrohr  
mittelbar in einen am Goniometerarm sitzenden  
thodenfolger eingesteckt, dessen Kathode mit der  
schirmung des Z hl drahtsystems verbunden wird,  
a die wirksame Kapazit t klein zu halten.

Zur Vereinfachung der Bedienung des Ger tes und  
mit jeweils die eingestellte Z hrohrspannung nach  
igen Gesichtspunkten optimal ist, wird mit konstan-  
Verst rkung und Ansprechschwelle gearbeitet. Die  
sprechschwelle des Diskriminators betr gt etwa  
V und liegt so hoch, da   nderungen der R hren-

daten keinen merklichen Einflu  auf ihre Gr  e haben  
k nnen. Die maximalen Rauschamplituden am Dis-  
kriminatoreingang betragen etwa  $\pm 2$  V, die mittleren  
 $\pm 0,7$  V. Die Eingangsempfindlichkeit des stark  
gegekoppelten und  bersteuerungssicheren Pro-  
portionalverst rkers liegt bei 1 mV. Damit ergab sich  
f r Cu  $K_{\alpha}$ -Strahlung beim Z hlrohr IZ/10 P eine An-  
sprechspannung von 1900 V.

Die L schschwelle ist zwischen etwa 40 und 65 V  
einstellbar, entsprechend einer Kanalbreite von 0 bis  
50%, bezogen auf die mittlere Impulsgr  e. Die Im-  
pulsgr  e wird mit der Z hrohrspannung eingestellt:  
Man w hlt zun chst die gew nschte Kanalbreite vor  
und bestimmt den Bereich, in dem die Anzeige an-  
n hernd unabh ngig von der Z hrohrspannung ist,  
d.h. man bestimmt die obere und untere Spannungs-  
grenze, bei der die Anzeige merklich abf llt. Als

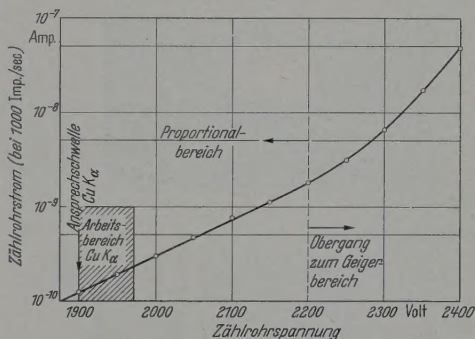


Abb. 2. Strom-Spannungs-Kurve des Z hlrohrs IZ/10 P

Arbeitsspannung nimmt man den Mittelwert aus die-  
sen beiden Spannungen. Da die Impulsgr  e pro Volt  
um 0,9% zunimmt, ist eine sehr gut stabilisierte Hoch-  
spannung erforderlich. Sie ist beim Ger t IDS/A  
bei 2000 V und bei Netzspannungen zwischen 190 und  
240 V auf  $\pm 1$  V konstant. Die Dauerstabilit t ent-  
spricht den Eigenschaften der Pr zisionsr hre 85A2.

Die Impulsbreite am Ausgang des Proportional-  
verst rkers betr gt etwa 1,5  $\mu$ sec, die Aufl sezeit f r  
Impulsz hlung 2,5  $\mu$ sec und f r die L schung 5  $\mu$ sec.  
Die nicht gel schten Impulse werden in bekannter  
Weise [4] auf das Gitter eines Stromtores gegeben.  
Durch jeden Impuls wird ein zwischen Anode und  
Kathode des Stromtores liegender Kondensator ent-  
laden und der mittlere Anodenstrom gemessen. Die  
Kondensatorgr  e bestimmt den Me bereich (7 Me -  
bereiche von 0 bis 30, 100, 300, 1000, 3000, 10000,  
30000 Impulse/sec). Das Verfahren hat gegen ber den  
mit Gleichstromverst rkern arbeitenden Ratemeter-  
schaltungen den Vorzug, da  Nullpunktfehler nicht  
auftreten, da bei der Intensit t 0 auch die Strom-  
st rke 0 wird, und da  die Abweichungen von der  
Proportionalit t zwischen Anzeige und Strahlen-  
intensit t bei hohen Sto zahlen klein bleiben. Um  
das zu verstehen, bedarf es der folgenden  berlegun-  
gen: Kommen zwei Impulse sehr rasch aufeinander,  
so ist der Sto kondensator  ber den Anodenwider-  
stand noch nicht wieder auf die volle Anodenspannung  
aufgeladen, der zweite Sto  wird daher kleiner als  
normal. Die dadurch bedingte Abweichung ist bei  
idealem Z hlrohr und Verst rker und bei statistisch  
regellosem Strahleneinfall nur durch den mittleren



Spannungsabfall am Gesamtwiderstand im Anodenkreis im Verhältnis zur Anodenspannung bestimmt und bei konstantem Widerstand unabhängig vom Meßbereich [4]. Um diesen Einfluß des Spannungsabfalles auszuschalten und damit auch beim Aufschrieb von Diagrammen zur Intensität proportionale Auslenkungen zu erhalten, wurde eine besondere Stabilisierungsschaltung entwickelt, welche die mittlere Spannung am Stoßkondensator unabhängig von der Stoßzahl konstant hält (der Spannungsabfall an den Widerständen wird automatisch durch Erhöhung der Betriebsspannung ausgeglichen). Eine Abweichung von der Linearität entsteht somit nur durch das endliche Auflösungsvermögen des Diskriminators. Die dadurch ausfallenden Impulse mit kleinem Zeitabstand

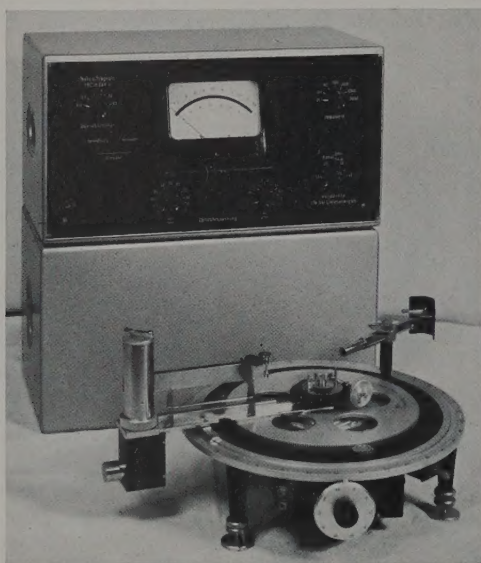


Abb. 3. Gerät IDS/A mit Einkanal-Diskriminator (oben) sowie Goniometer mit angebaute Kathodenfolger und eingesetztem Proportional-Zählrohr (links), Präparatsträger (Mitte) und Eingangsblende (rechts)

vom vorhergehenden Impuls würden aber nur zu Entladestößen im Stromtor führen, die erheblich schwächer als die normalen Entladestöße sind; deshalb ist der prozentuale Ausfall an Meßstrom viel kleiner als der prozentuale Ausfall an Impulsen, der beim normalen Ratemeter zur Wirkung kommt. Beispielsweise würde sich bei  $10^4$  Imp/sec bei normaler Ratemeterschaltung und einem Auflösungsvermögen von  $2,5 \mu\text{sec}$  eine um 2,5% zu kleine Anzeige ergeben. Im vorliegenden Fall beträgt die Zeitkonstante der Kondensatoraufladung im Stromtorkreis  $7,5 \mu\text{sec}$  für den Bereich  $10^4$  Imp/sec. Damit errechnet sich ein Anzeigeausfall von nur 0,4% bei  $10^4$  Imp/sec.

Unmittelbar nach einem Impuls liegt jedoch die Ansprechschwelle wegen des Rückimpulses etwas höher als normal. Das angegebene Auflösungsvermögen gilt daher nur bei großen Impulsen bzw. großen Kanalbreiten; bei kleiner Kanalbreite aber, bei der zwangsläufig die Impulsgröße nur knapp über der Ansprechschwelle liegt, ergibt sich ein schlechteres Auflösungsvermögen. Deshalb wurde der wahre Ausfall bei Impulsdichten von  $10^4$  Imp/sec durch Absorptionmessungen an  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung mit Al-Folie von  $100 \mu$

Dicke bei verschiedenen Kanalbreiten experimentell bestimmt. Man erhielt einen Ausfall von etwa 0, ohne Kanal, von 1% für 50% Kanalbreite, von 2% für 20% Kanalbreite und von 6% für 10% Kanalbreite bei einer Impulsdichte von  $10^4$  Imp/sec. Man kann demnach ohne Kanal und bei einer Kanalbreite von 50% mit einer „linearen“ Anzeige (Abweichung  $\leq 1\%$ ) im Meßbereich bis  $10000$  Imp/sec, bei 20% Kanalbreite bis  $3000$  Imp/sec und bei 10% Kanalbreite im Bereich bis  $1500$  Imp/sec rechnen.

Abb. 3 zeigt das Gerät IDS/A sowie das Goniometer mit dem angebaute Kathodenfolger und dem eingesteckten Proportionalzähler IZ/10 P.

#### Messungen an einer $\text{CuK}_\alpha$ -Interferenzlinie

Abb. 4 zeigt die Abhängigkeit der Stoßzahl von der Zählrohrspannung bei einem Zählrohr IZ/10 P gemessen ohne Kanal mit nickel-gefilterter  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung an einer intensiven Al-Interferenzlinie. Ansprechschwelle für die Energie der  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung liegt bei  $1900$  V. Da die Impulsgrößen statistisch

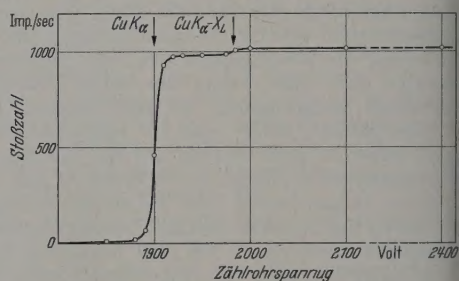


Abb. 4. Zählcharakteristik eines Rohres IZ/10 P mit  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung (Gerät IDS/A)

den Mittelwert streuen, ist der Anstieg nicht unendlich steil, die maximale Streuung entspricht dem Spannungsbereich zwischen  $1880$  und  $1920$  V. Von  $1900$  V bis  $1970$  V steigt die Anzeige um etwa 1%. Zwischen  $1970$  und  $2000$  V ist deutlich eine Ansprechschwelle erkennbar, die Anzeige steigt um etwa 3%. Dieser Anstieg entspricht dem von PARRISH und KOHN entdeckten „escape-peak“ und entsteht dadurch, zum Teil durch die  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung die L-Absorptionskante des Xenon angeregt und XL-Strahlung erzeugt wird. Wird diese XL-Strahlung wiederum im Gasraum absorbiert, so entsteht ein normaler Zählrohrstoß. Wird das XL-Quant aber nicht absorbiert, so bleibt für die ausgelöste Elektronenenergie nur die Energiedifferenz zwischen  $\text{CuK}_\alpha$ - und XL-Strahlung. Von  $2000$  bis  $2400$  V hat man einen bemerkenswerten „Konstanzbereich“, die Anzeige ändert sich innerhalb der Meßgenauigkeit nicht. Da sich die Impulsgröße von  $1900$  bis  $2400$  V gemäß Abb. 2 um den Faktor 400 vergrößert und der Verstärker bei  $2400$  V etwa 200fach übersteuert ist, zeigt die Messung, daß der Verstärker eine hohe Sicherheit gegen Übersteuerung hat (es treten weder Mehrfach-Impulse auf, noch werden Impulse „verschluckt“).

Bei Messungen ohne Kanal kann man entweder im Bereich über  $2000$  V arbeiten und hat dann den Vorteil einer etwas größeren Empfindlichkeit, oder im Konstanzbereich zwischen den beiden Ansprechschwellen zu messen, hat dann den Vorzug eines geringeren Verbrauches an Dampfmittel.



Die Steilheit des Kurvenanstiegs bei 1900 V gibt stets ein ungefähres Bild der Energieauflösung des Kristalls. Eine genauere Messung der Impulsgrößenverteilung erhält man, wenn bei konstanter mittlerer Impulsgröße, d. h. konstanter Zählrohrspannung, und konstanter Einstrahlung die Abhängigkeit der Anzeige von der Einstellung der Löschschwelle gemessen wird (Abb. 5). Die Zählrohrspannung wird zweckmäßig so gewählt, daß die mittlere Impulsgröße etwa der Mitte des Regelbereiches der Löschschwelle liegt.

Angezeigt werden alle Impulse, die kleiner sind als die eingestellte Spannung der Löschschwelle und größer als die feste Spannung der Ansprechschwelle (Integralkurve). Wie die bei niedrigen Impulszahlen erhaltenen Kurven zeigen und wie aus Abb. 4 bei der nutzten Zählrohrspannung hervorging, sind praktisch alle Impulse, die der Energie der  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung entsprechen, größer als die Ansprechschwelle, dagegen sind die Impulse der Energiedifferenz  $\text{CuK}_\alpha\text{-XL}$  kleiner als die Ansprechschwelle und werden nicht erfaßt. Gemessen wurde an einem starken Al-Reflex mit Kelfilter.

Leider stand für diese Messungen und die nachfolgenden Aufschriebe keine Röntgenanlage für Gleichspannung, sondern nur eine Anlage mit Halbwellenleitung zur Verfügung. Die tatsächlich auf das Zählrohr fallenden Impulsdichten sind daher wesentlich höher als die angezeigte mittlere Impulszahl/sec. Um diesen Faktor zu bestimmen, wurde der zeitliche Verlauf der Impulsdichte mit einem Oszillographen durch Beobachten des momentanen Zählrohrstromes genommen. Es ergab sich, daß die tatsächliche Impulsdichte im Zählrohr etwa 3,6mal größer ist als die angezeigte mittlere Impulszahl. Außerdem war zu beachten, daß die beschriebene Linearisierungsschaltung exakt nur für statistisch regellosen Strahlenfall, also nur für Gleichspannung — aber nicht für Halbwellenbetrieb — arbeitet. Die Abweichungen von der Linearität der Anzeige konnten aber aus dem Impulsdichtenfaktor leicht errechnet werden, die Werte wurden entsprechend korrigiert.

Die Meßkurven Abb. 5 wurden bei 1000, 3000 und 10000 Imp/sec aufgenommen, sie entsprechen also Impulsdichten bzw. angezeigten Stoßzahlen bei Röntgengleichspannung von 3600, 10800 und 36000 Imp/sec. Die Anzeigen bei hohen Löschspannungen wurden auf 10% normiert. Aus den Integralkurven ist leicht die erwartende prozentuale Impulszahl bei verschiedenen Kanalbreiten zu entnehmen. Bei einer mittleren Impulsgröße von 48,5 V entspricht z. B. 10% Kanalbreite einer Spannungsdifferenz von 4,85 V. Aus der Differenz der Anzeigen bei 50,9 und 46,1 V ergibt sich somit, wieviel Prozent aller Impulse im 10%-Kanal liegen. Man erhält bei niedrigen Impulszahlen etwa 70% aller Impulse im 10%-Kanal und über 90% im 20%-Kanal.

Bemerkenswert ist die Abhängigkeit der Integralkurven von der Stoßzahl. Bei hohen Stoßzahlen werden die Kurven flacher, sie verschieben sich in Richtung kleiner Spannungen. Außerdem verschwindet die Anzeige nicht, wenn Löschschwelle und Ansprechschwelle gleich sind, wegen des unterschiedlichen Auflösungsvermögens der beiden Kreise. Bei der Impulsdichte 10000/sec beträgt der Ausfall an Löschung etwa 9% und ist damit praktisch unbedeutend. Die Verbiegung und Abflachung ist zum Teil auf die Er-

höhung der Löschschwelle bei sehr rasch aufeinanderfolgenden Impulsen zurückzuführen, wesentlicher dürfte aber der Einfluß der Raumladungsbildung im Zählrohr auf die tatsächliche Impulshöhe sein: er ist bei Erhöhung der Impulsdichte unmittelbar im Oszillographen zu sehen, außerdem ergab sich bei einem mit 2000 V betriebenen Zählrohr eine doppelt so große Verschiebung. Aus diesem Grund wurde, wie schon ausgeführt, eine verhältnismäßig niedrigere Zählrohrbetrießspannung gewählt.

Bei der Impulsdichte 10800/sec beträgt die prozentuale Impulshöhenverminderung nur etwa 0,5%. Sie liegt an der Grenze der Meßgenauigkeit und ist ohne Einfluß auf praktische Messungen.

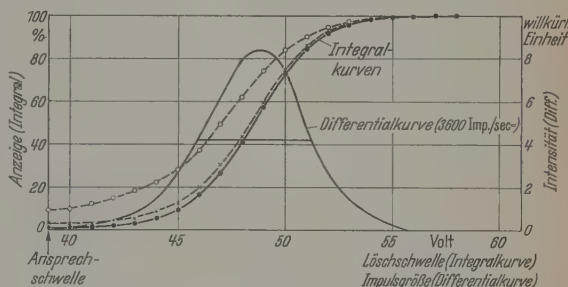


Abb. 5. Impulsgrößenverteilung bei einem Zählrohr IZ/10 P mit  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung

Kurve	Imp/sec		Impulse im Kanal		Ausfall der Löschung	Kanalverschiebung	Halbwertbreite HWB
	Anzeige	Impulsdichte	10%	20%			
●—●—	1000	3600	68,5%	93%	1%	—	11%
—x—x—	3000	10800	67%	92%	2,5%	0,3%	—
—o—o—	10000	36000	61%	84%	9%	2,5%	—

Trägt man die Steigung der Meßkurven in Funktion von der Spannung auf, so erhält man die Häufigkeit der Impulse/sec in Funktion ihrer Größe, d. h. die Impulsgrößenverteilung, die zur Quantenenergie der  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung gehört. Diese Verteilung wurde in Abb. 5 für die Impulsdichte 3600/sec eingetragen. Die Halbwertbreite (HWB) ergibt sich zu 11% der mittleren Impulsgröße. Bei Prüfung verschiedener Rohre erhielten wir eine Streuung dieser HWB zwischen 11 und 15%. Diese Streuung dürfte vor allem auf Unregelmäßigkeiten der Drahtdicke und des Drahtquerschnittes über die Drahtlänge zurückzuführen sein. Eine Änderung der Drahtdicke um  $1\mu$  (0,5%) entspricht nämlich einer Spannungsänderung von 0,4%, also von 7,5 V, und damit für sich allein schon einer Unschärfe der Impulsgröße von 7%. Leider kann die Homogenität des Drahtes vor dem Einbau nicht so genau kontrolliert werden, wie es demnach wünschenswert wäre.

#### Aufnahme von Interferenzdiagrammen

Das Arbeiten mit Kanal ist besonders vorteilhaft bei Präparaten mit starkem Streuuntergrund und schwachen Linien. Abb. 6 zeigt Aufschriebe mit einem Präparat aus Yttererde-Oxyd, bei dem sich ohne Kanal ein relativ hoher Untergrund ergab (der Untergrund kann nicht wesentlich durch Y-Eigenstrahlung verursacht sein, da er sonst schon bei 50% Kanalbreite unterdrückt wäre; der Aufschrieb ohne Kanal



erfolgte bei 1950 V entsprechend Abb. 4). Ohne Nickelfilter erhält man neben den  $\alpha$ -Linien auch die entsprechenden  $\beta$ -Linien, von denen im Aufschrieb aber nur die der stärksten  $\alpha$ -Linie ( $14,5^\circ$ ) zugehörige  $\beta$ -Linie ( $13^\circ$ ) allein stehend und auffällig erscheint; sie wurde daher besonders markiert und ausgemessen.

Die Aufschriebe zeigen eindrucksvoll, wie durch Einschalten und Verengen des Kanals der Untergrund im Verhältnis zur Linie ganz wesentlich unterdrückt werden kann. Dagegen ist das Aussehen der  $\beta$ -Linie mit Kanal allein nicht genügend; dazu bleibt das

hält man bei 50% Kanalbreite die ungeschwächte Intensität, bei 20% Kanalbreite noch etwa 90% und bei 10% Kanalbreite etwa 70% der Linienintensität.

Nimmt man eine Linienschwächung von 10% Kauf, so ergibt sich als zweckmäßige Einstellung ein Kanalbreite von 20%. Dabei wird der Untergrund relativ zur Linie um den Faktor 3,1 ohne Nickelfilter bzw. 4,1 mit Filter geschwächt. Der bessere Faktor mit Filter ergibt sich durch die spezielle Wirksamkeit der Filters für Wellenlängen, die nur wenig kleiner sind als die Eigenstrahlung und daher vom Diskriminator nicht

ausgeschieden werden. Die Kombination von Kanal und Filter wird daher besonders günstig.

Zieht man zum Vergleich die Angaben von PARRISH und KOHL heran, daß die Halbwertbreite der Energieauflösung des Szintillometers bei  $\text{Cu K}_\alpha$ -Strahlung 50% beträgt, ergibt sich, daß bei Szintillometern mit Kanalbreiten über 50% gearbeitet werden muß und infolgedessen der Untergrund mehr als doppelt so stark erhöht werden würde. Die um etwa 25% höhere Absolutempfindlichkeit des Szintillometers wiegt nach Ansicht des Verfassers diesen Nachteil nicht auf, um so mehr, als im allgemeinen durch geringe Erhöhung der Spannung oder des Stromes der Röntgenröhre auszugleichen ist. Hier kommt, daß beim proportionalen Zähler ein dünneres Nickelfilter notwendig

geringerer Linienschwächung als beim Szintillometer verwendet werden kann, weil nur beim Proportionalzähler eine wesentliche Schwächung der  $\beta$ -Intensität durch den Kanal erhalten wird. Erst bei Molstrahlung dürfte die höhere Empfindlichkeit des Szintillometers von wesentlicher Bedeutung sein.

Besonders starken Streuuntergrund erhält man bekanntlich, wenn Eigenstrahlung im Probenmaterial ausgelöst wird. Aus diesem Grund können bisher eisenhaltige Proben nicht mit  $\text{Cu K}_\alpha$ -Strahlen untersucht werden. Abb. 7 zeigt solche Untersuchungen an Hochfrequenzeisen Ferrocube IIIB mit verschiedenen Kanaleinstellungen. Der Kanal wurde möglichst symmetrisch auf die  $\text{Cu K}_\alpha$ - oder auf die  $\text{Fe K}$ -Energie eingestellt. Je enger der Kanal, desto vollständiger ist die Trennung zwischen  $\text{Cu K}_\alpha$ - und  $\text{Fe K}$ -Strahlung. Bei 20% Kanalbreite und Einstellung auf die  $\text{Fe K}$ -Energie ist die  $\text{Cu K}_\alpha$ -Linie nur noch schwach mit einem % ihrer wirklichen Intensität erkennbar. Entsprechend erhält man bei 20%-Kanal und Einstellung auf

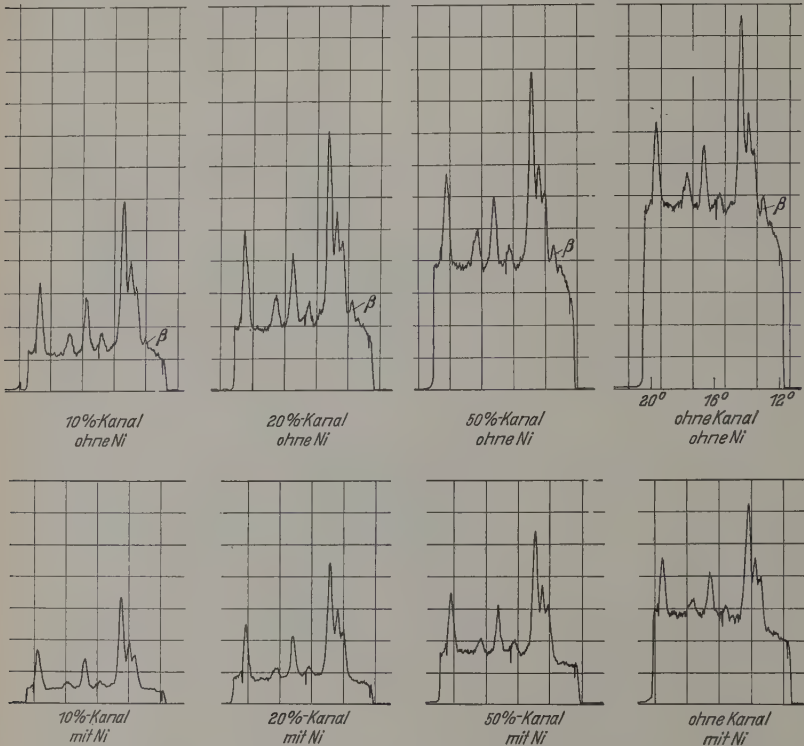


Abb. 6. Interferenzdiagramme mit Präparat aus Yttererde-Oxyd bei verschiedenen Kanalbreiten, ohne  $\beta$ -Filterung (obere Reihe) und mit Filterung durch  $17\mu$ -Nickelfolie (untere Reihe)

Nickelfilter notwendig, es kann aber etwas dünner sein als üblich. Verwendet wurde ein Nickelfilter von  $17\mu$  Dicke, das die  $\text{Cu K}_\alpha$ -Intensität um 45% schwächte. Ausreichend wäre ein Filter von  $10\mu$  Dicke mit einer Schwächung der Nutzstrahlung um 30%.

Tabelle 1. Einfluß der Kanalbreite auf die Intensitäten von Linie und Untergrund bei Yttererde-Oxyd (Aufschriebe Abb. 6)

Kanal . . . . .	Ohne	50%	20%	10%
Filter . . . . .	— $17\mu\text{Ni}$	— $17\mu\text{Ni}$	— $17\mu\text{Ni}$	— $17\mu\text{Ni}$
$\alpha$ -Linie . . . . .	100	99	92	68
$\beta$ -Linie . . . . .	100	100	60	25
Grund . . . . .	100	66	29	13,5
$\alpha$ -Linie/Grund . .	1	1,5	3,1	5,9

Um den Einfluß des Kanals quantitativ zu erfassen, wurde jeweils die Höhe der stärksten  $\alpha$ - und der markierten  $\beta$ -Linie sowie des Untergrundes ausgemessen und die Höhen ohne Kanal gleich 100 gesetzt. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 1. In Übereinstimmung mit der beschriebenen Messung an der Einzellinie er-



Die  $\text{CuK}_\alpha$ -Energie 90% der  $\text{CuK}_\alpha$ -Linie und nur noch 10% der Eisenstrahlung. Damit ist aber eine Untersuchung von eisenhaltigen Stoffen mit  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung möglich.

### Zählrohre für Molybdänstrahlung

PARRISH und KOHLER [6] berichten, daß bei der Messung von Molybdänstrahlung mit kryptongefüllten Zählrohren etwa 55% der Intensität in einem

gefüllte. Bei beiden Füllungen werden 78% einer einfallenden  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung absorbiert. Das Rohr kann daher auch zu Untersuchungen mit  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung benutzt werden; nachteilig gegenüber dem nur mit Xenon gefüllten Rohr ist dabei die erheblich höhere Betriebsspannung sowie die 2 bis 3mal höhere Empfindlichkeit im kurzwelligen Gebiet oberhalb der  $\text{KrK}$ -Kante, die beim Arbeiten ohne Kanal einen etwas stärkeren Streuuntergrund bewirkt.

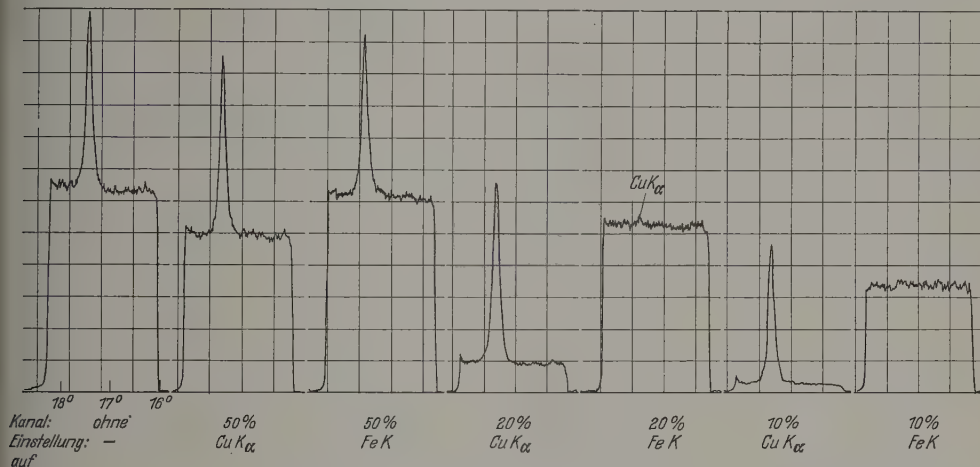


Abb. 7. Untersuchung einer Eisenverbindung (Ferrocube IIIB, Fa. Valvo) mit  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung bei verschiedenen Kanaleinstellungen

„escape-peak“ erscheint, welcher der Energiedifferenz  $\text{MoK}_\alpha - \text{KrK}$  entspricht. Dadurch wird bei Messung im Kanal die ausnutzbare Empfindlichkeit auf etwa die Hälfte reduziert. Die Linienaufspaltung wird durch die Bildung von Krypton-Eigenstrahlung verursacht, die nur wenig in der Krypton-Füllung geschwächt wird. Man kann aber einen beträchtlichen Teil dieser Quanten durch Zusetzen von Xenon zur Füllung wieder absorbieren. In diesem Fall wird wiederum die gesamte Energie der Molybdänstrahlung in Elektronenenergie umgesetzt, die der Energiedifferenz  $\text{MoK}_\alpha - \text{KrK}$  entsprechende Linie wird schwächer und die Linie  $\text{MoK}_\alpha$  stärker. Abb. 8 zeigt die Verteilung bei einem Kanal mit 480 mm Krypton und 200 mm Xenon gefüllt wurde (Messung mit Mo-Röhre, Zr-gefiltert, in einem Al-Reflex für  $\text{MoK}_\alpha$ -Strahlung). Bei der Kanaleinstellung von 5% wurde die sekundliche Stoßzahl in Abhängigkeit von der Zählrohrspannung aufgetragen. Der Logarithmus der Impulsgröße der Spannung proportional ist (vgl. Abb. 2), entspricht 5% Kanalbreite. Die Linienintensitäten entsprechen also den Linienhöhen; außerdem kann die Spannungsskala leicht durch eine Energieskala in keV ergänzt werden. Bei 20 keV erscheint die starke  $\text{MoK}_\alpha$ -Linie, bei 4,8 keV die Linie  $\text{MoK}_\alpha - \text{KrK}_\alpha$ , ferner bei 3,4 keV die Linie  $\text{MoK}_\alpha - \text{KrK}_\beta$ . Auf die beiden Differenzlinien zusammen entfallen nur noch 29% der gesamten Intensität, auf die Hauptlinie 71%. Da 45% der  $\text{MoK}_\alpha$ -Strahlung im Gasgemisch absorbiert wird, ergibt sich bei Messungen im Kanal eine ausnutzbare Empfindlichkeit von immerhin 32% für  $\text{MoK}_\alpha$ -Strahlung. Außerdem ist bemerkenswert, daß das Rohr im langwelligeren Gebiet bis zur  $\text{KrK}$ -Absorptionskante die gleiche Empfindlichkeit hat wie das mit 300 mm Xenon

### Lebensdauer der Proportional-Zählrohre

Die zu erwartende Lebensdauer wurde an einem der mit Xenon gefüllten Rohre für  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlung untersucht. Da Messungen über die Lebensdauer, d. h. über Änderungen der Zähleigenschaften durch die Benut-

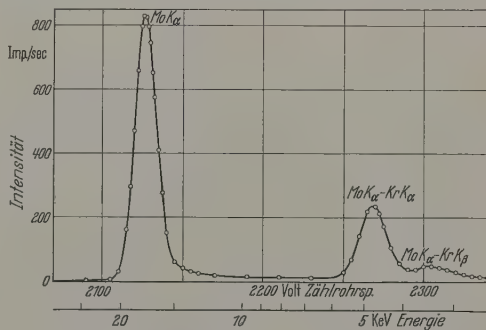


Abb. 8. Amplitudenverteilung beim Kr-X-Zählrohr für  $\text{MoK}_\alpha$ -Strahlung (Kanalbreite 5%)

zung, unter normalen Betriebsbedingungen außerordentlich lange Zeit erfordern würden, wurde die Einstrahlung so stark gemacht, daß bei normaler Betriebsspannung (1920 V) der Zählrohrstrom  $4 \cdot 10^{-6}$  A betrug. Diese Belastung entspricht nach Abb. 2 einer Stoßzahl von  $2,7 \cdot 10^7$  Stößen/sec. Nach 10stündigem Betrieb, also nach  $10^{11}$  Stößen, war die Ansprechschwelle um 23 V angestiegen (das Absinken der Stromstärke während der Versuche wurde durch Spannungserhöhung ausgeglichen). Außerdem wurde im 10%-Kanal, bezogen auf gleiche Stoßzahl ohne Kanal, eine um 6% kleinere Anzeige als vor der Belastung erhalten, d. h. die HWB der Impulsgrößen-



verteilung war etwas größer geworden. Immerhin war das Rohr noch durchaus als brauchbar anzusprechen, so daß bei normaler Betriebsweise mit einer Lebensdauer von mindestens  $10^{11}$  Stößen gerechnet werden kann. Bei einer mittleren Impulszahl von 1000/sec würde dies einer Lebensdauer von 30000 Std entsprechen.

#### Zusammenfassung

Aufbau und Eigenschaften der Proportional-Zählrohre und des Diskriminators werdeneingehend beschrieben. — Anzeige und Ausgangsstrom sind bei 50% Kanalbreite bis zu 10000 Imp/sec, bei 20% bis zu 3000 Imp/sec, auf 1% proportional zur Intensität. — Die Absorptionsempfindlichkeit der Zählrohre für Cu K-Strahlung beträgt 78%, die Halbwertsbreite der Impulsgrößenverteilung nur 11 bis 15% der mittleren Impulsgröße. Dadurch erhält man mit Kanalbreiten von etwa 20% wesentlich bessere Interferenzdiagramme, als sie mit Szintillationszählern erreichbar sind. —

Beim Zählrohr für Mo K-Strahlung wird durch besondere Gasmischung die Aufspaltung in zwei verschiedene Impulsgrößen wesentlich unterdrückt, so bei einer Absorptionsempfindlichkeit von 45% Ansprechempfindlichkeit von 32% im Kanal erreicht. Die Zählrohre haben eine sehr lange Lebensdauer, sie entspricht etwa  $10^{11}$  Stößen.

**Literatur:** [1] LINDEMANN, R., u. A. TROST: Z. Arch. angew. Wiss. Techn. 18, 1 (1952). — [3] z. B. RISH, W., E. HAMACHER u. K. LOWITZSCH: Philips Techn. 16, 123 (1954/55). — [4] TROST, A.: Z. angew. Phys. 2 (1950). — [5] ARNDT, U. W., and D. P. RILEY: Proc. Soc. Lond. 74, 74 (1952). — [6] PARRISH, W., and T. R. LER: Rev. Sci. Instrum. 27, 795 (1956). — [7] DOWLING, C., HENDEE, T., KOHLER u. W. PARRISH: Philips Techn. 18, 262 (1956/57). — [8] MÖLLER, M., u. F. BRASSE: Eisenhüttenw. 28, 831 (1957). — [9] TAYLOR, J., and W. RISH: Rev. Sci. Instr. 26, 367 (1955).

Dr. Ing. habil. ADOLF TROST,  
Laboratorium Prof. Dr. Berthold  
Wildbad i. Schwarzwald

## Einige Eigenschaften dünner, im elektrischen Felde aufgedampfter Einkristallschichten aus Barium-Strontiumtitanat

Von ALEXANDER MOLL

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 2. Juni 1958)

Bariumtitanat wurde im Jahre 1943 von SALOMON und WAINER [1] als ferroelektrisch erkannt. Im Gegensatz zu allen bis dahin bekannten ferroelektrischen

( $\frac{3}{4} T_c$ ), und der Ausdruck für das wirksame Fel

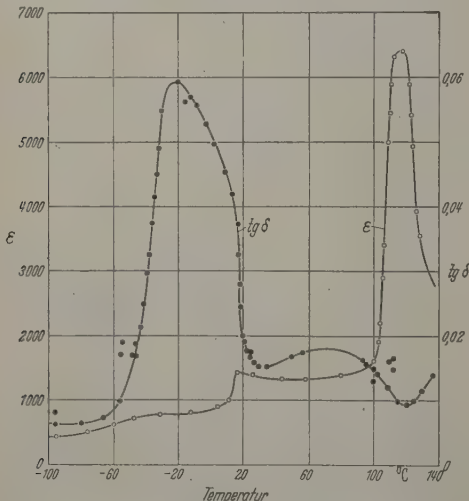


Abb. 1. DK und  $\text{tg } \delta$  einer  $\text{BaTiO}_3$ -Keramik, gemessen bei 1 kHz und einer Feldstärke von 2,29 V/cm (nach A. v. HIPPEL)

Stoffen besitzt es eine einfache Kristallstruktur, die dem Perowskittypus entspricht. Oberhalb des Curie-Punktes ist Bariumtitanat kubisch und die Suszeptibilität befolgt das Curie-Weißsche Gesetz; doch ist die Curiesche Konstante (150000) mehrere Zehnerpotenzen größer als die von der Theorie geforderte

$$E' = E - \frac{4}{3} P_{\text{Ti}} - P_{\text{Ba}} - \left\{ - \left( \frac{a}{3} - 1 \right) P_{\text{OI}} - \left( \frac{a}{3} - 2 \right) P_{\text{OII}} * \right\}$$

unterscheidet sich von dem für das Mosottische d einige Zusatzglieder.

Im Curie-Punkt wird die Dielektrizitätskonst (im folgenden mit DK abgekürzt) sehr groß, es spontane Polarisierung ein, und der Kristall wird abnehmender Temperatur infolge von Verlagerung  $\text{Ti}^{4+}$ -Ions tetragonal und ferroelektrisch. MEGAW zeigte, daß im Curie-Punkt sowohl die kubische auch die tetragonale Phase existieren kann, wäh von HIPPEL [4] fand, daß die Differenz der Kristallenergien beider Phasen klein und die Potential des Ti-Ions sehr flach ist. Kleine elektrische Felder vermögen daher schon einen Phasenwechsel herbeizuführen oder Richtung und Größe der Polarisierung zu ändern.

Diese im polarisierten Licht gut sichtbare Erscheinung benutzte MERZ [5], um den Domendurchmesser ( $d \approx 10^{-4}$  cm) zu bestimmen, während KÄNZIG [6] durch Anlegen höherer Feldstärken ( $3 \cdot 10^4 \text{ V} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) zu Eindomänenkristallen gelangte, sich allerdings nach Abschalten des Feldes wegen stets vorhandenen inneren Spannungen und anderer Ursachen reorientierten.

\* Die P bedeuten die Polarisationen der einzelnen Atomarten, wobei der Index die Atomart angibt. a ist ein von TIZA [2] berechneter Gitterfaktor.



ne der wichtigsten und interessantesten Eigenschaften des Bariumtitanats ist seine hohe DK. Ihre volle Ausnutzung ist aber stets an den Curie-Bereich gebunden, denn einerseits hat die DK in dem Bereich ein Maximum und andererseits sind die Verluste besonders gering (Abb. 1). Da nun der Curie-Bereich reinen Bariumtitanats hinsichtlich der technischen Anwendung temperaturmäßig ungünstig liegt, wurden seit der Entdeckung seiner ferroelektrischen Eigenschaften zahlreiche Versuche unternommen, den Curie-Bereich nach tieferen Temperaturen zu verschieben.

Nachdem MERZ [7] eine lineare Druckabhängigkeit und somit die Abhängigkeit des Curie-Punktes vom Druckparameter erkannt hatte, vermochten RUSHMAN und STRIVENS [7a] den Curie-Bereich dadurch zu verschieben, daß sie einen Teil der Bariumatome durch Strontium ersetzten<sup>1</sup>. Zugleich ermöglicht die Existenz von Fremdatomen eine erhöhte Polarisation der Materie und somit eine Steigerung der DK. Der Anteil von Barium-Strontiumtitanatgemischen ist seitdem in der Herstellung der Barium-Strontiumtitanat-Keramiken nur bei Temperaturen von etwa 1000 bis 1500° C möglich ist, wird ihre DK durch die unvermeidbaren Restspannungen analog dem piezomagnetischen Fall stark herabgesetzt, während die durch unregelmäßige Anordnung polykristalliner Gebiete verursachten Inhomogenitäten in einer Anzahl von Resonanzstellen im HF- und UHF-Bereich äußern.

Aus diesem Grunde sind die Bestrebungen auf dem Gebiet der Ferroelektrika in neuerer Zeit darauf ausgerichtet, ein selbst im Frequenzbereich 10<sup>8</sup> bis 10<sup>10</sup> Hz brauchbares Material mit hoher DK und geringen Verlusten zu finden. Veröffentlichungen über derartige Höchstfrequenzkeramiken sind bislang nur aus kommerziellen Gründen nicht erschienen. Die Arbeiten von DAVIS [8] lassen jedoch erkennen, daß der Füllfaktor<sup>2</sup> des Materials eine ausschlaggebende Rolle spielt. Der naheliegende Gedanke, Einkristalle gegebener Zusammensetzung aus einer Legierungsmisch-Schmelze zu züchten, scheitert an der Forderung nach strenger Einhaltung kleiner Abkühlgeschwindigkeiten bei relativ hohen Temperaturen. Eine andere Möglichkeit, Mischkristalle von gegebener Zusammensetzung zu erhalten, bietet sich in der Form einer Kondensation aus der Gasphase an. Diese Möglichkeit soll in der vorliegenden Arbeit näher untersucht werden. Gleichzeitig wird dabei das Ziel verfolgt, ein spannungsfreies, sehr dünnes Ferroelektrikum herzustellen.

## Elementarvorgänge beim Aufbau eines Festkörpers aus der Gasphase und die Beeinflußbarkeit seiner Struktur

Drei Elementarprozesse bestimmen im wesentlichen den Aufbau eines Festkörpers aus der Gasphase: 1. Die Kondensation des mit thermischer Geschwindigkeit ankommenden Moleküls,

Zum Beispiel liegt der Curie-Punkt einer Bariumtitanatmischkristalle mit 30% Strontiumtitanat bereits bei 15° C.

Der Füllfaktor  $f$  wird definiert als das Produkt  $f = NV$ , bei  $V$  das Volumen eines Dipols und  $N$  die Zahl der Dipole pro Volumeneinheit ist.

2. eine Oberflächenwanderung des Moleküls auf der Oberfläche des entstehenden Kristalls nach einer Wachstumsstelle und

3. das Einschwingen des Moleküls an einer Wachstumsstelle.

Die Kondensation von Molekülen an einer Fläche ist eine Frage der kritischen Kondensationstemperatur, der Verweilzeit und des Akkommodationskoeffizienten. Während die kritische Kondensationstemperatur von der Wahl des Oberflächenmaterials und von der Temperatur abhängt, ist der Akkommodationskoeffizient bis auf den Sonderfall der dünnsten Schichten bereits durch den zu verdampfenden Stoff festgelegt. Die Oberflächenwanderung des Moleküls auf der Kristalloberfläche ist im wesentlichen temperaturabhängig. Von der Möglichkeit eines Platzwechsels wurde Gebrauch gemacht, indem die Temperatur an der Kondensationsstelle so gewählt wurde, daß bei genügender Kondensationsgeschwindigkeit eine maximale Platzwechselgeschwindigkeit gegeben war. Es zeigte sich eine starke Abhängigkeit der Kristallgröße von der Temperatur, die auf das Einschwingen der Moleküle in Wachstumsstellen zurückzuführen war. Derartige Effekte wurden erstmalig von KÖNIG [9] an Germanium- und Eisenschichten gefunden. Eine weitere Beeinflussung der aufgedampften Schichten ist im Falle der Einkristallzüchtung von Ferroelektrika durch die Anwendung eines elektrischen Feldes möglich. Vorversuche ergaben, daß die Anwendung eines elektrischen Feldes während des Aufdampfprozesses und darauf folgende Abkühlung eine „geordnete“ Kristallisation bewirkt, indem die Domänen- und Achsenrichtung des werdenden Kristalls durch die Richtung des elektrischen Feldes vorgegeben werden. Gleichzeitig wird die Bildung der hexagonalen Modifikation<sup>3</sup> des Titanats durch das Feld unterbunden, da die kubische Modifikation im Felde eine kleinere Energie besitzt.

## Der Molekularstrahl-Ofen und die Verdampfung von Barium-Strontiumtitanat

Ein wesentlicher Grund dafür, daß Bariumtitanat bislang nicht in aufgedampfter Form benutzt wurde, liegt in der großen Schwierigkeit, dieses Material zu verdampfen. Fast alle in Frage kommenden Ofenmaterialien werden während des Verdampfungsprozesses zerstört. Neben einer chemischen Umsetzung der beteiligten Stoffe findet vor allem — wie im Falle des Platins und Wolframs — ein Auflösen des Metalls in fein verteilte Form statt. Das Titanat wird ähnlich dem metallischen Natrium enthaltenden Natriumchlorid blau verfärbt und nimmt die Eigenschaften eines Halbleiters an.

Es wurden nun zwei Methoden entwickelt, die es ermöglichen, Titanate oder deren Gemische beliebiger Zusammensetzung zu verdampfen. Die erste Methode beruht auf der Löslichkeit von Bariumtitanat und Strontiumtitanat in Strontiumoxyd bei 1500° C, wobei das Bariumtitanat als ein  $\text{BaTiO}_3\text{—SrTiO}_3\text{—TiO}_2$ -Gemisch aus einer im Wolframschiffchen befindlichen  $\text{SrO}$ -Lösung nach vorheriger gründlicher Entgasung bei 2000° C verdampft wird.

<sup>3</sup> Die hexagonale Modifikation (mit gewöhnlichen dielektrischen Eigenschaften) erhielt MATTHIAS [10] beim Züchten von  $\text{BaTiO}_3$ -Einkristallen neben der kubischen.



Die nach dieser Methode hergestellten harten und klar durchsichtigen Schichten erreichten infolge der beschränkten Titanatmenge eine Dicke von  $0,1\ \mu$ . Bei größeren Dicken<sup>1</sup> (1 bis  $2\ \mu$ ) zeigen sie eine gelbliche Färbung und ihre Sprödigkeit nimmt zu. Die chemische Zusammensetzung der Schicht ist von der jewei-

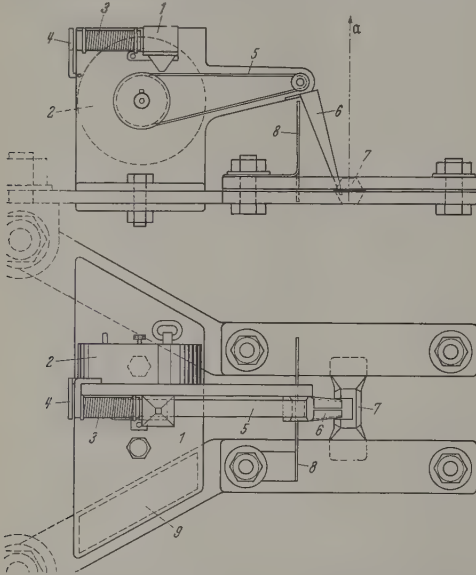


Abb. 2. Vollautomatisches Förderband zu Bedampfung mit Stoffgemischen

ligen Ofentemperatur sowie von der Bedampfungszeit stark abhängig; infolgedessen sind ihre das Ausgangsmaterial bei weitem übertreffenden ferroelektrischen Eigenschaften zeitlich nicht konstant, der Curie-

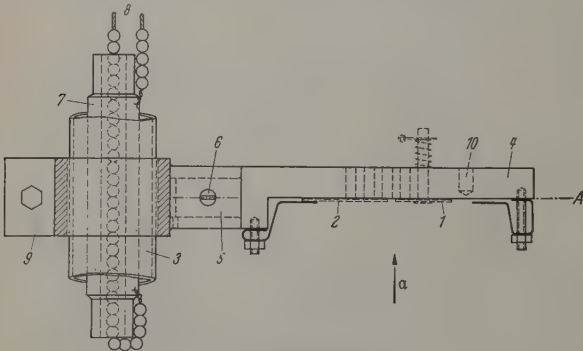


Abb. 3. Objekträgerhalterung

Bereich erstreckt sich über ein größeres Temperaturintervall, und die Reproduktion einer Schicht ist nur mit größerem Aufwand zu erzwingen. Wesentlich bessere Reproduzierbarkeit erhält man mit der zweiten Methode:

Ein in Abb. 2 dargestelltes und speziell für die Bedampfung mit Stoffgemischen entwickeltes Förderband transportiert beim Einschalten des Ofenstromes das zu verdampfende Material in Form eines Granulats (z. B. BS 73, bestehend aus 73%  $\text{BaTiO}_3$  und 27%  $\text{SrTiO}_3$ ) aus dem Trichter (1) zum berylliumoxyd-

geschützten Ofen (7), wo es sofort verdampft und ein Molekularstrahl mit der Achse  $a$  bildet<sup>2</sup>.

Ein vibrierender Elektromagnet und die richtige Einstellung des Trichters verhindern seine Versetzung. Ein Messingschirm (8) dient als Schutz des Silicongummi bestehenden Förderbandes (5) vor Ofenstrahlung.

Der Vorteil des Verfahrens besteht im folgenden:

1. Die chemische Zusammensetzung der gewinnten Schicht ist vorgebar.
2. Die zu verdampfende Materialmenge ist unbeschränkt und hängt von der Trichtergröße ab.
3. Die Schichtdicke ist der Bedampfungszeit proportional. (Bei einfachen Dampfquellen besteht die Proportionalität nur in erster Näherung.)

Der Nachteil des Verfahrens liegt vor allem darin, daß man keine Vorentgasung des Materials durchführen kann, ein Umstand, der sich bei späteren Verdampfungen mit elektrischem Feld störend bemerkbar machte.

Die bei größeren Dicken blaßgelben Schichten besaßen gegenüber den nach der ersten Methode hergestellten eine wesentlich höhere DK, die monatelang konstant blieb. Ihre polykristalline Struktur war sich jedoch immer dort nachteilig aus, wo eine elektrische Beanspruchung oder eine Erwärmung nicht umgehen ist. Die Domänenstruktur ändert sich dabei irreversibel.

### Kondensator und Objekträgerhalterung

Um zu einer domänenzerfallsbeständigen Einkristallschicht mit ausgerichteten Domänen zu gelangen, lag es nahe, einerseits die Kondensation sowie die Abkühlung der Schichten in einem elektrischen Felde ablaufen zu lassen und andererseits die Schichtdicke in der Größenordnung des Durchmessers stabiler Domänen zu belassen. Im Gegensatz zu den von KÄNZIG und BLATTNER [6] erhaltenen Titanateinkristallen mit ausgerichteten Domänen, konnte eine gewisse Strukturstabilität der durch Kondensation hergestellten Einkristallschichten schon deshalb erwartet werden, weil hier innere Spannungen praktisch ausgeschlossen werden können. Der zur Felderzeugung benötigte Kondensator bestand in einfacher Weise einerseits aus der Objekträgerhalterung (Abb. 3) — das Objekt sollte ja dem Felde ausgesetzt werden —, andererseits aus einer davor verschiebbar angebrachten polierten Metallplatte, die durch Trolital-Gleitschienen gehalten wurde. Das zwischen 0 und  $8\text{ kV/cm}$  regelbare elektrische Feld wurde durch einen Hochspannungsgleichrichter gespeist.

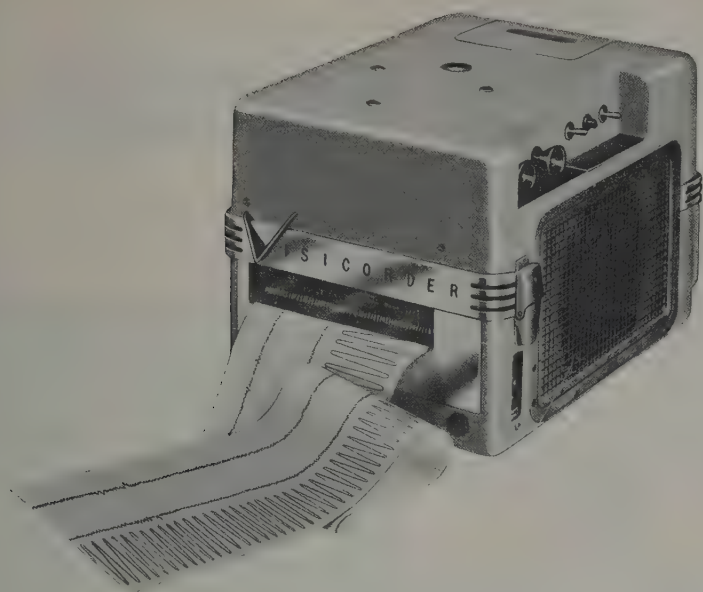
Die Objekträgerhalterung (4) in Abb. 3, bestehend aus einem massiven Kupferstück, dient als Heizung des Objekträgers (1), als Feldelektrode und als Träger eines zur Schichtdickenbestimmung benötigten Messplättchens (2). Sie wird durch einen Zapfen (5) einer auf dem Kühlfinger<sup>3</sup> (3) vertikal verschiebbaren

<sup>2</sup> Das Wesentliche an dieser Methode liegt unter anderem darin, daß den in den Ofen hineinfallenden Teilchen keine Zeit bleibt, das Wolfram anzugreifen. Sie verdampfen infolge ihrer Kleinheit und der hohen Temperatur des Ofens, bevor ein richtiger Kontakt zwischen ihnen und dem Ofen hergestellt ist. Der  $\text{BeO}$ -Überzug ist eine Sicherheitsvorkehrung.

<sup>3</sup> Es handelt sich hier um einen aus der Vakuumtechnik geläufigen kupfernen Kühlfinger, der hier aber nicht zum A-

<sup>1</sup> Diese wurden durch mehrfaches Aufdampfen hergestellt.





Dieser von Honeywell entwickelte direkt schreibende Lichtstrahl-Schleifenoszillograph kann in zwei Ausführungsformen zur Registrierung von maximal 8 oder 14 dynamischen Größen geliefert werden. Der Schreibfrequenzbereich reicht bei hoher Galvanometerempfindlichkeit von 0–2000 Hz oder 0–3000 Hz. Der dynamische Vorgang ist auf dem Papier direkt sichtbar, beständig und bedarf keinerlei Nachbehandlung. Maximaler Papiervorschub 1 m/Sek. mit 16 Abstufungen bis herab zu 0,4 cm/h. Sein geringes Eigengewicht und seine Handlichkeit machen den Visicorder zum idealen Registrier-Oszillographen in der Forschung und im Betrieb.

# Honeywell



*Schrittmacher der Regeltechnik*

HONEYWELL GMBH FRANKFURT AM MAIN · BERLIN-WILMERSDORF · DÜSSELDORF · HAMBURG · STUTTGART · MÜNCHEN

An die

HONEYWELL GMBH FRANKFURT A.M. BEETHOVENSTR. 18 »WERBEABTEILUNG«

Bitte senden Sie uns die genauen technischen Daten des Visicorders

Name:

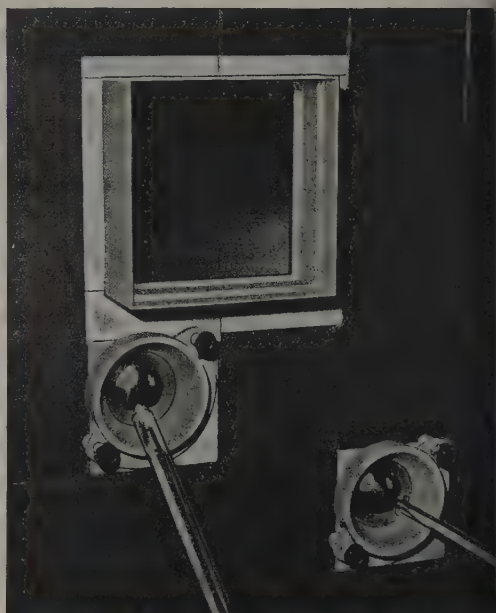
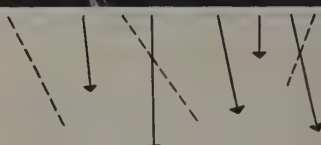
Anschrift:


**TELEFUNKEN**
**TK 6,**

ein neues Innenkreis-Reflexklystron, durchstimmbar von 6,3...7,7 GHz. HF-Ausgangsleistung 190 mW. Elektronische Bandbreite 40 MHz. Extrem niedriger Temperaturkoeffizient 10 kHz/°C; dadurch frequenzstabiler Betrieb auch bei starken Temperaturschwankungen. Besonders geeignet für bewegliche Anlagen.

**TELEFUNKEN**  
RÖHREN-VERTRIEB  
ULM-DONAU



**Schutzgläser**
**gegen Gammastrahlen**



Bleiglasfenster aus hochbleihaltigen Gläsern mit Dichten von 3,2 - 6,2 als Strahlungsschutz zur Absorption von Gammastrahlen für alle Anwendungsgebiete. Diese Spezialgläser sind in Größen bis maximal 1300 mm Kantenlänge und je nach Glasart in Dicken von 150 bis 300 mm lieferbar.

Hervorragend geeignet sind diese Gläser für „heiße Zellen“ für Bestrahlungsversuche, Isotopenlaboratorien usw. Die Schutzwirkung dieser Bleigläser mit der Dichte 3,2 entspricht der von Baryt-Beton.



JENAER GLAS

JENAER GLASWERK SCHOTT &amp; GEN. MAINZ/RH



taschette (9) gehalten, kann um die Achse  $A$  gedreht und in jeder Winkelstellung arretiert werden. Zur Temperaturregulierung der Objektträgerhalterung wird ein Widerstand (7) (100 W) in den Kühler (3) herabgelassen und bei (8) über einen regelbaren Vorwiderstand sowie hitzebeständig isolierte Zuleitungen gespeist. Eine Temperaturregelung und Temperaturkontrolle erfolgt in (10).

### Die Messung der Schichtdicke

Sind Dichte  $\rho$  des aufgedampften Stoffes, wahre Oberfläche  $F$  und Masse  $m$  des aufgedampften Objekts bekannt, so läßt sich die Schichtdicke  $d$  durch die beim Bedampfen entstehende Massenänderung  $\Delta m$  des Objektträgers ausdrücken:

$$d = \frac{\Delta m}{F \cdot \rho}$$

Der Dichtewert wurde für einige kompakte Materialien zur Schichtdickenberechnung herangezogen, da der Füllfaktor der Schicht in der richtiger Temperatur des Objektträgers praktisch den Wert 1 annahm. Eine Oberflächenkorrektur war bei diesen nicht erforderlich. Deswegen wurde der Faktor 1,01 eingeführt, so daß Glimmer als Meßplättchen Verwendung fand. Sämtliche Meßplättchen aus Glimmer oder Glas hatten eine Größe von  $\frac{2}{100}$  mm und wurden nur im frisch hergestellten Zustand angewendet.

Die Genauigkeit der Messmethode ist der benutzten Fläche des Meßplättchens proportional. Bei den meisten Dickenbestimmungen wurden zunächst auf einer Fläche von  $7 \text{ cm}^2$  durchgeföhrt und dann eine Waage benutzt, die  $\frac{1}{20}$  mg abzulesen gestattete. Nach einer späteren Überprüfung der Zeitproportionalität<sup>4</sup> der Schichtdicke wurden auch größere Glimmerplättchen bis zu  $25 \text{ cm}^2$  bedampft.

benutzt wurde, sondern zur Befestigung und Unterbringung der Objektträgerhalterung sowie des Heizwiderstandes.

<sup>4</sup> Die Zeitproportionalität der Schichtdicke wurde so eingehalten, daß sie später bei der Massenherstellung dünner (Ba, Sr)- $\text{TiO}_3$ -Schichten zur Dickenmessung benutzt werden konnte. Die Wägemethode wurde dann lediglich zeitweise zur Kontrolle eingeschaltet.

Z. f. angew. Physik. Bd. 10

Die Übereinstimmung beider Dickenbestimmungen war gut.

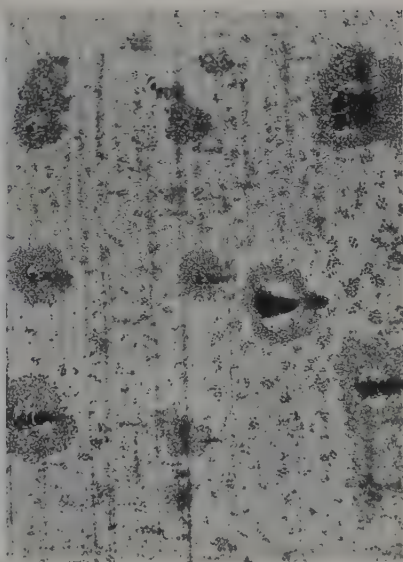
Der mittlere relative Fehler der Schichtdickenmessung betrug bei einer Schichtdicke von  $0,1 \mu$  etwa  $\pm 13\%$ , während Schichtdicken von  $1 \mu$  mit einem mittleren relativen Fehler von 3% behaftet waren.



a



b



c

Abb. 4a—c. a Einkristallschicht aus Barium-Strontiumtitanat, Kondensationstemperatur  $100^\circ \text{C}$ , Feldstärke  $8 \text{ kV/cm}$ , Vergrößerung 500fach. b Türmchenreihen bei stärkerer Vergrößerung. c Statistisch verteilte Türmchen bei Kondensationstemperatur von  $50^\circ \text{C}$ . Die Türmchen sind infolge Oberflächenwanderung von Kristallhäufchen umgeben. (Vergrößerung 2000fach)

### Eigenschaften der Einkristallschichten

Dünne Barium-Strontiumtitanatschichten zeigen auf Glimmer, Glas und Metall eine gute Haftfestigkeit. Während sehr dünne Barium-Strontiumtitanatschichten völlig farblos aussehen und an dünne Glashäute erinnern, zeigen Schichten mit einer Dicke von  $0,1 \mu$  eine deutlich blaßgelbe Färbung, die mit zunehmender Schichtdicke in eine gelbbraune und schließlich in eine braungrüne übergeht. Gleichzeitig wird ab  $0,1 \mu$  eine Schichtstruktur deutlich sichtbar. Die gesamte Kristallschicht erscheint mit einer Vielzahl von feinen parallelen Streifen durchzogen, welche ihrerseits aus einer Menge paralleler Querstreifen bestehen. Abb. 4 zeigt eine Einkristallschicht, welche durch Bedampfen

eines auf 100° C erwärmten NaF-Objektträgers und nachträgliches Ablösen in destilliertem Wasser hergestellt wurde. Eine genauere Betrachtung der Parallelstreifen läßt erkennen, daß diese aus einer Vielzahl paralleler Türmchen aufgebaut sind. Streifenrichtung und Bedampfungsrichtung schließen nahezu einen Winkel von 90° ein. Es ist bemerkenswert, daß die Türmchen keine statistische Verteilung zeigen wie bei einer gewöhnlichen Schrägbedampfung. Vielmehr existieren hier auf Geraden gelegene Orte, an denen die Kondensation bevorzugt erfolgt. Eine nochmalige Vergrößerung eines Streifens (Abb. 4b) offenbart eine völlig geordnete Streifenstruktur. Die Wachstumsstellen der Türmchen folgen mit bestechender Regelmäßigkeit, wobei der mittlere Türmchenabstand etwa  $10^{-4}$  cm beträgt<sup>1</sup>.

Das Entstehen von Türmchen ist ein stark temperaturabhängiger Bedampfungseffekt. Läßt man z. B. den Objektträger nach anfänglicher Bedampfung auf

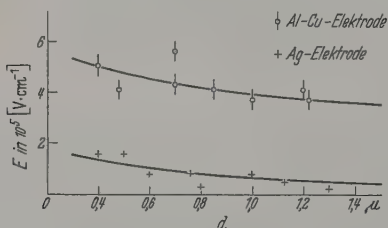


Abb. 5. Durchschlagfeldstärke  $E$  in Abhängigkeit von Schichtdicke und Elektrodenmaterial

50° C abkühlen und bedampft erneut, so nimmt die Türmchenverteilung mehr den Charakter einer statistischen Verteilung an (Abb. 4c). Die Türmchen werden zu großen spitzen Kegeln ausgebildet, die infolge molekularer Oberflächenwanderung von mikrokristallinen Häufchen eingeschlossen werden. Erfolgt die Bedampfung oberhalb von 150° C, so kommt praktisch keine Türmchenbildung mehr zustande.

Um nun festzustellen, welchen Einfluß die Objektträgeroberfläche auf die Struktur der Schicht ausübt, wurden außer der NaF-Bedampfung auch Glas- und Glimmerbedampfungen in gleicher Weise untersucht. Hier zeigten sich die gleichen Effekte; nur bei dünnsten Schichten wurden einige Unterschiede gefunden.

Da die dünne Barium-Strontiumtitanatschicht ein vielversprechendes Dielektrikum zu sein schien, wurde vorerst ihre Durchschlagfestigkeit untersucht. Das zu untersuchende Material wurde als Dielektrikum eines durch schichtenweises Aufdampfen hergestellten Kondensators einer meßbaren Spannung ausgesetzt. Die Trägerelektrode bestand aus hochglanzpoliertem Vakuum, die andere Elektrode aus Ag, Cu oder Al. Um eine etwaige Veränderung der Schichtstruktur zu vermeiden, wurden die Messungen mit Wechselspannung durchgeführt<sup>2</sup>. Es stellte sich heraus, daß die Durchschlagfestigkeit einer aufgedampften Schicht entscheidend vom Material der aufgedampften Elektrode abhängt (Abb. 5). Während aufgedampfte Ag-Schichten — wahrscheinlich infolge von Diffusion des Ag — schon bei relativ geringen Feldstärken zum Durchschlag führen, lassen verkupferte Al-Elektroden 5- bis

5mal höhere Feldstärken<sup>3</sup> zu. Nach dünnen Schichten hin nimmt die Durchschlagfeldstärke etwas zu, erreicht mit  $5 \cdot 10^5$  V/cm<sup>2</sup> die Durchschlagfeldstärke der besten Isolatoren. Messungen an Schichtdicken unter  $0,3 \mu$  sind nicht mehr sinnvoll, weil die Streuung der Meßwerte mit abnehmender Schichtdicke stark zunimmt. Da diese Schichten teilweise 1 bis 2 T<sub>g</sub> nach der Herstellung stark veränderte Werte ergaben, wurden nur frisch hergestellte Schichten ausgemessen. Die Ursachen für den Alterungseffekt sind wahrscheinlich in der Absorption von Fremdstoffen (Wasser, Luft) zu suchen. Indes ist eine Strukturumwandlung innerhalb der Schicht nicht unwahrscheinlich, gleichzeitig eine sprunghafte Änderung der DK beobachtet werden konnte.

Eine weitere Eigenschaft dünner Barium-Strontiumtitanatschichten ist wert, erwähnt zu werden: Im Gegensatz zu gewöhnlichen Bariumtitanat-Keramiken zeigen dünne Barium-Strontiumtitanatschichten im MHz-Bereich keine piezoelektrischen Resonanzeffekte; ein Effekt, der sich durch die geringe DK des Materials erklären ließe. Im Versuch wurde eine  $20 \mu$  dicke Barium-Strontiumtitanatschicht als Dielektrikum eines lose gekoppelten Parallelschwingkreises benutzt. Die Spannung über dem Kondensator des Kreises wurde mit Hilfe eines Oszillographen gemessen. Bemerkenswert ist die große Dämpfung in mit aufgedampfter Schicht betriebenen Kreisen, nebst dem Fehlen jeglicher piezoelektrischer Resonanzen.

#### Die Dielektrizitätskonstante aufgedampfter Barium-Strontiumtitanatschichten bei höchsten Frequenzen

Da von dünnen, im elektrischen Felde aufgedampften Barium-Strontiumtitanatschichten in Hinsicht auf ihre DK bei höchsten Frequenzen noch nichts bekannt geworden ist, schien es angebracht, die Frequenzabhängigkeit der DK solcher Schichten näher zu untersuchen. Als Meßgerät bot sich in dem hauptsächlich interessierenden Frequenzbereich 1000 bis 2000 MHz die homogene konzentrische Meßleitung an. Sämtliche Messungen wurden nach der von ESAU und PRÖSDORF [11] beschriebenen Methode ausgeführt. Für kleine Probenlängen, d. h.  $d < 0,02 \lambda / \epsilon$  hat man für die DK ( $\epsilon$ ) und den Verlustwinkel ( $\delta$ ) die sehr gute Näherung:

$$\epsilon = 1 - \frac{\Delta l_b}{d},$$

$$\tan \delta = \frac{2\pi\epsilon}{m_b} \cdot \frac{d}{\lambda}.$$

Hierin bedeutet  $\Delta l_b$  die Knotenverschiebung,  $m_b$  das Wellenverhältnis und  $d$  die Dicke der zu messenden Schicht.

Zur Messung selbst wurde die auf ein  $\frac{2}{100}$  mm dickes Glimmerplättchen aufgedampfte Schicht in der Spannungsbauch einer Meßleitung gebracht und die Differenz der Minimumabstände zum Objekt (Probe) bei Messung mit bzw. ohne Objekt für die Bestimmung der DK ausgewertet. Der Verlustwinkel ergab sich aus der Knotenbreite im Leerlauf der Probenleitung.

Die Messungen wurden mit einer handelsüblichen Meßleitung der Firma Rohde & Schwarz (Nr. B

<sup>1</sup> Es liegt nahe, diese Regelmäßigkeit zu verwerten.  
<sup>2</sup> Die der jeweiligen Schichtdicke entsprechende Durchschlaggleichspannung ist wesentlich höher.

<sup>3</sup> In einem Falle war die Durchschlagfestigkeit einer Schicht mit verkupferten Al-Elektrode sogar eine Größenordnung höher als diejenige einer Schicht mit Ag-Elektrode.

\* Meßspannung 20 V.



60/60) durchgeführt. Diese hat einen Wellenwiderstand von  $60\ \Omega$ . Die nötige Hochfrequenzenergie lieferten Sender der gleichen Firma mit sorgfältig kalibrierten Netzgeräten, die eine hohe Amplituden- und Frequenzkonstanz gewährleisteten.

Besondere Sorgfalt erforderte die Einführung der Meßproben in die Meßleitung. Die Schwierigkeit lag darin, einerseits Luftspalte und mangelhaften Kontakt zwischen Innenleiter, Außenleiter und Probe zu vermeiden, andererseits aber die Probe vor Deformation zu bewahren, um die Forderung nach einer wirklich ebenen Meßprobe zu erfüllen. Alle Kontaktstellen wurden versilbert.

Die Meßergebnisse sind in Abb. 6 wiedergegeben. Jeder Meßpunkt ist der Mittelwert aus Messungen an

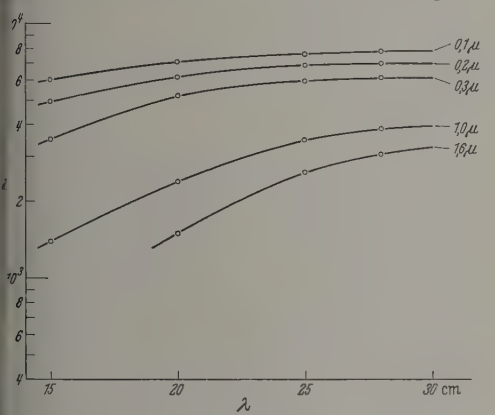


Abb. 6. Frequenz- und Schichtdickenabhängigkeit der DK im elektrischen Feld aufgedampfter Barium-Strontiumtitanatschichten (BS 73) bei Zimmertemperatur

10 Schichten. Als Parameter ist rechts oben die jeweilige Schichtdicke in  $\mu$  aufgetragen. Bemerkenswert ist hier die Zunahme der Frequenzabhängigkeit der DK mit wachsender Schichtdicke, die darauf hinweist, daß sich die Struktur dickerer Schichten von den dünneren unterscheidet. Die im Gegensatz zur DK dünner Schichten wesentlich kleinere DK läßt vermuten, daß gewisse Restspannungen im Material bestehen, die eine beschränkte elektrische Beweglichkeit des Materials zur Folge haben. Diese Vermutung wird unter anderem durch eine weitere Eigenschaft dickerer Schichten ab  $1,2\ \mu$  gestützt: Sie ändern zum Teil nach einer Versuchszeit von 8 bis 10 Tagen ihre Struktur sprunghaft. Die Wirkungsweise dieses irreversiblen Alterungsprozesses konnte im einzelnen noch nicht geklärt werden. Es liegt die Vermutung nahe, daß sich die Schichtstruktur außerhalb eines zur Schichtenherstellung benötigten Feldes im labilen Gleichgewicht der Domänenkräfte befindet. Die Wahrscheinlichkeit für die Bildung von Fehlstellen während des Aufdampfprozesses ist bei dicken Schichten viel größer als bei dünnen. Infolgedessen enthalten dickere Schichten viele Stellen, an denen die inneren Kräfte nur spärlich kompensiert sind. Diese Fehlstellen sind höchstwahrscheinlich die Ausgangspunkte für das Zusammenbrechen der labilen Domänenordnung. Bei einsetzenden Wandverschiebungen, verursacht durch geringe äußere Energie (z.B. Leitungsfeld), werden zum Stillstand gebracht, sobald eine Kompensation der inneren Kräfte erreicht ist. Dieser

Prozeß kann bei dickeren Schichten unter Umständen völlige Umordnung der Schichtstruktur mit sich bringen.

An dünnen Schichten konnten solche un stetigen Alterungsprozesse nicht beobachtet werden. Ihre DK blieb monatelang konstant und fiel selbst nach einem halben Jahr nur unmerklich ab.

Die Schichtdickenabhängigkeit der DK ist in Abb. 7 wiedergegeben. Die DK wird wie oben gezeigt mit abnehmender Schichtdicke größer, frequenzunabhängiger und strebt einem Grenzwert ( $\epsilon \rightarrow 9000$ ) zu. Man gewinnt den Eindruck, daß nur sehr dünne Schichten eine Abkühlung im Felde überstehen ohne innere Spannungen durch Fehlstellen zu erleiden. Die Fehler bei der Messung der DK lassen sich zurück-

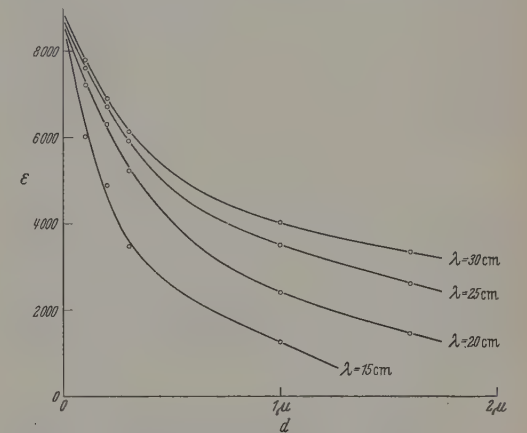


Abb. 7. Schichtdickenabhängigkeit der DK von Barium-Strontiumtitanatschichten (BS 73) bei Zimmertemperatur

führen auf ungenaue Bestimmungen der Minimumabstände und Schichtdicken; sie betragen etwa 15%. Selbstverständlich hängt die erzielbare Meßgenauigkeit auch von der Homogenität der Schicht und Konstanz der Schichtdicke innerhalb der Meßfläche ab. Die durch diese Größen entstehenden Fehler waren vernachlässigbar, da die Schwankungen der Schichtdicke durch das Herstellungsverfahren äußerst klein gehalten werden konnten. Das gleiche gilt für die Homogenität der Schichten.

Herrn Professor Dr. LOCHTE-HOLTGREVEN danke ich für stete Förderung und für sein dauerndes Interesse an der Arbeit.

Für die Überlassung der Bedampfungsapparatur sei der Deutschen Forschungsgemeinschaft an dieser Stelle besonderer Dank ausgesprochen.

### Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird der Versuch unternommen, die bisher technisch nicht durchführbare Züchtung des ferroelektrischen Barium-Strontiumtitanat-Einkristalls aus einer Schmelze durch eine Züchtung aus der Gasphase zu erreichen. Nach Entwicklung von zwei Verdampfungsvorrichtungen für Barium-Strontiumtitanat werden Bedampfungen hauptsächlich im elektrischen Feld durchgeführt. Die bei einer einstellbaren Kondensationstemperatur von etwa  $200^\circ\text{C}$  erhaltenen Einkristalle mit ausgerichteten Domänen werden näher untersucht. Bemerkenswert ist die Schichtdickenabhängigkeit der Dielektrizitätskonstante, die mit,

abnehmender Schichtdicke im Frequenzbereich 1000 bis 2000 MHz einem Grenzwert  $\varepsilon \rightarrow 9000$  zustrebt. Nur bei dickeren Schichten wurde ein unstetiger Alterungsprozeß beobachtet, der auf die bei dickeren Schichten zahlreicher vertretenen Fehlstellen und die dadurch verursachten Verschiebungen der Domänenwände zurückgeführt wird.

Die Durchschlagfestigkeit der Schichten erreicht maximal den Wert  $5 \cdot 10^5$  V/cm.

**Literatur:** [1] SALOMON, A. N., and E. WATNER: Titanium Alloy Manufacturing Co., Elect. Rep. 8 (1942), 9 and 10

(1943). — [2] TIZA, L.: Phys. Rev. **70**, 954 (1946); **72**, (1947). — [3] MEGAW, H.: Proc. Roy. Soc. Lond., Ser. A **189** (1947). — [4] HIPPEL, A. v.: Rev. Mod. Phys. **22**, 221 (1950). — [5] MERZ, W.: Phys. Rev. **76**, (2), 1221 (1949). — [6] BLNER, H., W. KÄNZIG u. W. MERZ: Helv. phys. Acta **22** (1949). — [7] MERZ, W. J.: Proc. Amer. Phys. Soc. **25**, N. 36 (1950). — [7a] RUSHMAN, D. F., and M. A. STRIVENS: Trans. Faraday Soc. A **42**, 231 (1946). — [8] DAVIS, L.: J. A. Phys. **24**, 1194 (1953). — [9] KÖNIG, H.: Reichsber. Phys. **4** (1944). — [10] BLATTNER, H., B. MATTHIAS, W. J. MEYER, P. SCHERRER: Experimenta **3**, 4 (1947). — [11] ESAU, A. D. PRÖSDORF: Naturwiss. **9**, 208 (1954).

Dr. ALEXANDER MOLL,

Institut für Experimentalphysik der Universität Ki

## Zur Wirkungsweise des $n$ - $p$ -Phototransistors

VON ARNULF HOFFMANN

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 12. Juli 1958)

### I. Einleitung

Unter Photo„transistor“ verstehen wir ein Halbleiterbauelement, das im Gegensatz zur Photo„diode“ nicht aus zwei, sondern aus drei Schichten besteht, also einen Emittor-, einen Basis- und einen Collectorbereich enthält<sup>1</sup>. Da bisher eine Theorie des Phototransistors<sup>2</sup> fehlt, beschränken sich auch die Erklärungen seiner Wirkungsweise im allgemeinen auf recht pauschale Betrachtungen [2].

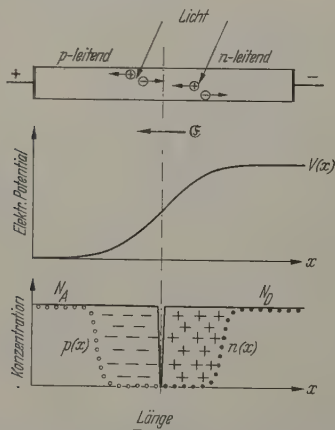


Abb. 1. Zur Deutung des  $p$ - $n$ -Photoeffektes;  $p$ - $n$ -Kristall (oben), Potentialverlauf (Mitte) und Konzentrationsverteilung (unten). Die durch Licht erzeugten Trägerpaare werden im elektrischen Feld getrennt und in verschiedene Richtungen getrieben

Zu einer einfachen und befriedigenden, allerdings auch nur qualitativen Deutung kommt man, wenn

<sup>1</sup> N. SHIVE und P. ZUK [5] gebrauchen schon für die einfache  $p$ - $n$ -Photodiode die Bezeichnung Phototransistor, offenbar um auf die Steuerung durch das Licht hinzuweisen. Eine echte Verstärkung des primären Photostromes erfolgt jedoch erst in der Drei-Schichtanordnung, weshalb wir die Bezeichnung Phototransistor auf diese Anordnung beschränken wollen.

<sup>2</sup> Hinweise findet man allerdings bei W. SHOCKLEY u. Mitarb. [1]. Im Gegensatz dazu ist der einfache  $p$ - $n$ -Photoeffekt sehr viel eingehender behandelt worden, s. beispielsweise [4].

man den Phototransistor zunächst auftrennt in zu Bauelemente, nämlich in eine Photodiode und einen normalen Transistor und beide parallel schalt (Abb. 3)<sup>3</sup>. Bei weiteren Diskussionen zeigte es sich nun, daß man merkwürdigerweise das lichtelektrische wirksame Element sowohl zwischen Collector und Basis wie zwischen Basis und Emittor anschließen kann; in beiden Fällen kommt man zu einer Verstärkung des primären Photostromes (vgl. Abs. II). Die Betrachtung und der Vergleich beider Erscheinungen ist insofern interessant, als der eine Fall eine Ausleuchtung des  $p$ - $n$ -Überganges am Collector, der andere einer Ausleuchtung nur des emitterseitigen  $p$ - $n$ -Überganges entspricht. Die hierbei auftretenden Unterschiede ergeben Hinweise, ob und in welcher Maße man die eine oder andere der beiden Raumladungsschichten bei der Ausleuchtung bevorzugen müßte.

### II. Der Photoeffekt an einer $p$ - $n$ -Schicht

Zum besseren Verständnis wollen wir noch kurz auf den einfachen  $p$ - $n$ -Photoeffekt eingehen; wir folgen hierbei im wesentlichen der von K. LEHOVEC [3] gegebenen Erklärung<sup>4</sup>. Lichtquanten ausreichender Energie können Elektronen-Loch-Paare im Halbleiter erzeugen, indem sie Valenzelektronen ins Leitungsband anheben. Erfolgt die Paarbildung innerhalb der Raumladungszonen, so werden die Paare in überwiegendem Maße vom elektrischen Feld getrennt, bevor sie wieder rekombinieren (Abb. 1). Aber auch diejenigen Trägerpaare, die in den feldfreien Gebieten in unmittelbarer Nachbarschaft des  $p$ - $n$ -Überganges erzeugt werden, tragen zum Photoeffekt bei, in dem Maße nämlich wie die jeweiligen Minoritätsträger durch Diffusion bis zur Raumladungszone gelangen, dort vom Potentialgefälle erfaßt und auf die andere Seite des  $p$ - $n$ -Überganges geführt werden. Wie Abb. 2 zeigt, ist das Raumladungsfeld der  $p$ - $n$ -Schicht gerade so gerichtet, daß  $p$ -Teilchen ins  $p$ -Gebiet,  $n$ -Teilchen

<sup>3</sup> Diesen Hinweis verdanke ich Herrn R. EMEIS.

<sup>4</sup> Eine zusammenfassende Darstellung des  $p$ - $n$ -Photoeffektes einschließlich der Theorie findet man bei R. WILNER [4].



in  $n$ -Gebiet driften. Die mit Licht bestrahlte  $p$ - $n$ -Schicht wirkt daher als Photoelement, in dem eine  $U_{EMK}$  einen Strom von der rechten negativen Elektrode zur linken positiven zu treiben sucht. Wie groß der resultierende Strom wirklich wird, das hängt vom Widerstand  $R_A$  des außen angeschlossenen Kreises ab. Wenn der Photostrom von der linken positiven Elektrode des Photoelements zur rechten negativen Elektrode fließt.

Die Photostromkennlinie versteht man am besten als ein Ersatzschaltbild, das in erster Näherung als eine Stromquelle mit der Ergiebigkeit  $I_K$  und einer Stelle einer ohmschen inneren Ableitung — ähnlich einen parallelliegenden  $p$ - $n$ -Gleichrichter dargestellt werden kann (s. Abb. 2). Bei fehlender Belichtung verschwindet die Stromergiebigkeit ( $I_K = 0$ ) und

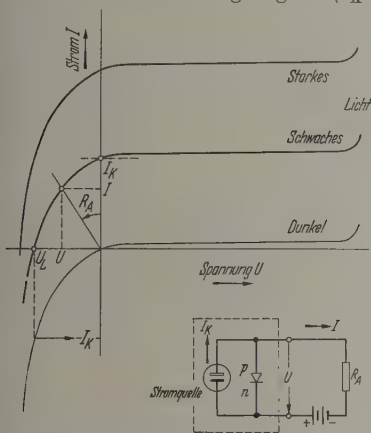


Abb. 2. Oben: Kennlinien einer  $p$ - $n$ -Schicht. 1. — als Gleichrichter gegenüber der üblichen Darstellung um  $180^\circ$  gedreht). 2. — bei Belichtung verschiebt sich die Kurve um den Strom  $I_K$ . Unten: Schaltung mit Ersatzbild der Photo- $p$ - $n$ -Schicht

man erhält für den Strom  $I = f(U)$  die normale Kennlinie des  $p$ - $n$ -Gleichrichters (in der Abb. 2 dünn ausgedr. Kurve; gegenüber der üblichen Darstellung um  $180^\circ$  gedreht). Durch das einfallende Licht wird die Einströmung  $I_K$  erzeugt, die sich dem vorhandenen Strom einfach überlagert<sup>1</sup>. Die Photostromkennlinie (stärker ausgezogen) ist daher um den Betrag  $I_K$  gegenüber der Gleichrichtercharakteristik verschoben. Die Ergiebigkeit  $I_K$  wächst mit steigender Lichtintensität.

Im Kurzschlußfall ( $R_A = 0$ ) wird an den äußeren Klemmen die Spannung  $U = 0$  erzwungen; die „innere Ableitung“ (der  $p$ - $n$ -Gleichrichter) ist dann hochohmig gegenüber dem äußeren Kurzschluß und die volle Ergiebigkeit der Quelle  $I_K$  fließt über den Außenkreis. Der Zustand der  $p$ - $n$ -Schicht wird im Kennlinienfeld der Abb. 2 durch den Punkt  $I = I_K$ ,  $U = 0$  repräsentiert. Man sieht, daß die Ergiebigkeit  $I_K$  mit dem Kurzschlußstrom<sup>2</sup> identisch ist.

Im Leerlauf ( $R_A = \infty$ ) wird im äußeren Stromkreis der Strom  $I = 0$  erzwungen. Die lichtelektrisch erzeugte Einströmung  $I_K$  kann nur über die parallelschaltete „innere Ableitung“, d.h. über den in der Abbildung gepolten  $p$ - $n$ -Gleichrichter zurückfließen. An den Klemmen tritt die Leerlaufspannung

<sup>1</sup> Es wird mit der Annahme gearbeitet, daß sich lichtelektrisch erzeugte Strömung und Stromanteil des  $p$ - $n$ -Gleichrichters unabhängig voneinander superponieren; diese Annahme ist nur in gewissen Grenzen erlaubt.

$U_L$  auf. Der Zustand der  $p$ - $n$ -Schicht wird im Kennlinienfeld der Abb. 2 durch den Punkt  $I = 0$ ,  $U = U_L$  repräsentiert. Man sieht, daß wegen der vertikalen Parallelverschiebung der Gleichrichtercharakteristik  $I = f(U)$  die Leerlaufspannung  $U_L$  und der Kurzschlußstrom  $I_K$  durch dieselbe funktionale Beziehung:

$$I_K = f(U_L) \quad (1)$$

miteinander verknüpft sind.

Rein schaltungsmäßig unterscheidet man häufig noch zwischen „Photoelement“ und „Photodiode“ je nachdem, ob man ohne Hilfsspannung im äußeren Kreis arbeitet oder ob man die  $p$ - $n$ -Schicht in Sperrrichtung vorspannt (vgl. hierzu Abb. 2: Kennlinien des Photoelements links im 2. Quadranten zwischen  $(0, I_K)$  und  $(U_L, 0)$ ; Kennlinien der Photodiode rechts im 1. Quadranten. Die Quellenergiebigkeit  $I_K$  erhöht sich bei der Photodiode noch um den Sperrstrom  $I_{sp}(U)$ , der bei fehlender Belichtung schon als „Dunkelstrom“ fließt.

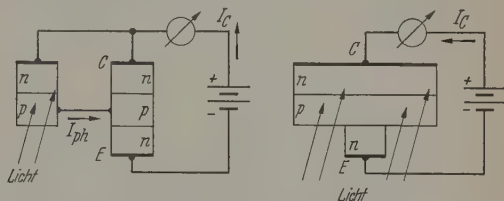


Abb. 3. Photodiode und Transistor als Ersatzbild (links) für einen Phototransistor (rechts), dessen Collectorseite allein belichtet wird

### III. Phototransistor

Zur Erklärung des Phototransistors trennt man ihn zweckmäßigerweise gedanklich in ein Photoelement und in einen gewöhnlichen Transistor auf. Der im Photoelement erzeugte Photostrom  $I_{Ph}$  wird zur Steuerung des abgetrennten Transistors benutzt. Hierbei sind zwei verschiedene Ersatzbilder möglich:

#### a) $p$ - $n$ -Photoelement parallel zu Basis und Collector (Abb. 3)

Es liegt dann der größte Teil der äußeren Spannung an der lichtelektrischen  $p$ - $n$ -Schicht und spannt diese in Sperrrichtung vor. Das Element wird als Photodiode betrieben. Bei Belichtung fließt ein (positiver)<sup>2</sup> Photostrom  $I_{Ph}$  von der Diode in die Basis des Transistors und nimmt den Weg zur negativen Batterieklemme über den emitterseitigen  $p$ - $n$ -Übergang; die positive Einströmung löst nun umgekehrt eine Elektroneninjektion des Emitters aus, die zu einem Collectorstrom  $\alpha^* I_{Ph}$  führt (Transistoreffekt)<sup>3</sup>. Im Lastkreis gewinnt man insgesamt also den Strom

$$I_C = (\alpha^* + 1) I_{Ph} \quad (2)$$

#### b) $p$ - $n$ -Photoelement parallel zu Basis und Emitter (Abb. 4)

Auch hier fließt in die Basis ein positiver Photostrom der den Transistor „öffnet“, so daß man im Außenkreis den verstärkten Strom

$$I_C = \alpha^* I_{Ph} \quad (3)$$

<sup>2</sup> Hier und im folgenden wird auf die Polung der  $n$ - $p$ - $n$ -Schichtung der Abbildungen Bezug genommen. Sinngemäß lassen sich alle Überlegungen natürlich auf  $p$ - $n$ - $p$ -Strukturen übertragen.

<sup>3</sup>  $\alpha^*$  = Stromverstärkungsfaktor in Emitterschaltung.

Der Vergleich von (2) und (3) läßt bei flüchtiger Betrachtung beide Ersatzschaltungen annähernd gleichwertig erscheinen. Tatsächlich unterscheiden sich jedoch die Ströme  $I_{Ph}$  auf der rechten Seite der Gl. (2) und (3) wertmäßig ganz wesentlich voneinander. Im Fall der Abb. 3 ist der steuernde Photostrom etwa dem Kurzschlußstrom  $I_K$  gleichzusetzen (vgl. Kennlinie im 1. Quadrant der Abb. 2). Im Gegensatz dazu arbeitet das Photoelement der Abb. 4 gegen eine äußere Spannung, nämlich gegen die am Emmitter des Transistors liegende Spannung  $U_{BE}$ . Diese schwächt den Photostrom, d. h. der Arbeitspunkt auf der Kennlinie (Abb. 2 im zweiten Quadranten) rückt nach links zu kleineren Strömen hin. Die Höhe der sich einstellenden Gegenspannung richtet sich nun aber nach dem gesamten Emmitterstrom  $I_E = I_{Ph} + I_C$  (d. h. nach Basis-

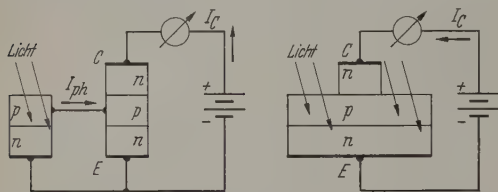


Abb. 4. Photoelement und Transistor als Ersatzbild (links) für einen Phototransistor (rechts), dessen Emmitterseite allein belichtet wird

und Collectorstrom). Für eine genauere Abschätzung müssen wir hier, da der  $p$ - $n$ -Übergang (Abb. 4) ja nur gedanklich in einen lichtbestrahlten und in einen Emmitter-Teil getrennt wurde, mit gleichen Eigenschaften der beiden  $p$ - $n$ -Strukturen rechnen. Dann gilt aber auch für den  $p$ - $n$ -Übergang des Emitters dieselbe Stromspannungsbeziehung

$$I = f(U), \quad (4)$$

die wir schon in Gl. (1) für das Photoelement benutzt haben. Bei einem Emmitterstrom von der Größe  $I_K$  würde also die Spannung  $U_{BE}$ , gegen die das Photoelement arbeitet, gerade  $U_L$  betragen und der Photostrom  $I_{Ph}$  wäre völlig unterdrückt (Leerlauf). Im Transistor ließe sich ein Emmitterstrom  $I_K$  mit verschwindendem Basisstrom nur bei unendlich hoher Stromverstärkung  $\alpha^*$  realisieren. Bei  $\alpha^*$ -Werten von 50 bis 100 wird man sich jedoch dem Leerlaufall weitgehend nähern; d. h. der steuernde Photostrom  $I_{Ph}$  bleibt klein gegen den Kurzschlußwert und erst der verstärkte Gesamtstrom  $I_E$  erreicht beinahe  $I_K$ .

In den zwei Ersatzbildern gewinnt man durch Zusammenfügen der nebeneinanderliegenden  $p$ - und  $n$ -leitenden Bereiche den Phototransistor als Einheit (rechter Teil der Abb. 3 und 4). In beiden Fällen wird der primäre Photostrom richtig verstärkt, insbesondere liegt in beiden Fällen entsprechend der positiven Einströmung eine Potentialanhebung der Basis gegenüber dem Emmitter vor, die häufig zur Erklärung des Phototransistors herangezogen wird. Quantitativ ergibt sich dagegen ein deutlicher Unterschied: Die Ausleuchtung der collectorseitigen  $p$ - $n$ -Schicht (einschließlich ihrer Nachbarbereiche) ist wesentlich wirkungsvoller als die der emitterseitigen.

Man kann diesen Unterschied (grob) auch durch die beiden Grenzfälle des  $p$ - $n$ -Photoelements erklären. Bei Belichtung der collectorseitigen  $p$ - $n$ -Schicht (Abb. 3) wird das Element über die „durchlässige“ Emmitter-

Sperrschicht mit der Batterie „kurz“-geschlossen ( $R_A \rightarrow 0$ ), d. h. die volle lichtelektrische Ergiebigkeit wird am Emmitter zur Steuerung des  $n$ - $p$ - $n$ -Transistors wirksam. Im anderen Fall (Abb. 4) wird die belichtete  $p$ - $n$ -Schicht des Emitters dagegen über die „sperrende“ Collectorrandschicht an den äußeren Kollektor gelegt ( $R_A \rightarrow \infty$ ). Hier nähert man sich dem Leerlauf, d. h. die Spannung zwischen Basis und Emmitter muß  $\leq U_L$  bleiben, und der über diesen  $p$ - $n$ -Übergang fließende Strom  $I_E$  kann somit nach der schon oben gegebenen Erklärung nicht über  $I_K$  anwachsen. Im ersten Fall darf man daher am Collector ein Strom von der Größe  $\alpha^* I_K$  im zweiten dagegen nur annähernd  $I_K$  erwarten<sup>1</sup>.

#### IV. Experimentelle Bestätigung

Um die obigen Überlegungen zu stützen, wurden einige Messungen in den Ersatzschaltungen der Abb. 3 und 4 durchgeführt<sup>2</sup>. Wir benutzten ein Silizium Photoelement und einen Si-Transistor bei 6 V Collectorspannung; gemessen wurde der Strom  $I_{CE}$  bei verschieden starker Belichtung (vgl. Tabelle 1).

Tabelle 1

Belichtung	Abb. 3 Photodiode am Collector	Abb. 4 Photoelement zwischen Emmitter und Basis	Kurzschluß- strom $I_K$ des Photoelement
	mA	mA	mA
Dunkel . . . .	2,9	0,003	
Schwach . . . .	47,2	0,68	0,83
Hell . . . . .	83,7	1,17	1,4

Mit diesen Werten werden, wie wir glauben, die obigen Überlegungen recht gut bestätigt.

#### Zusammenfassung

Eine recht einfache Erklärung des Phototransistors ergibt sich durch Auftrennung in zwei Bauelemente, nämlich in einen normalen Transistor und in ein Photoelement, die parallel zur Collector-Basisstrecke liegt. Schaltet man die Photodiode parallel zur Basis-Emmitterstrecke des Transistors, so kommt man scheinbar ebenfalls zu einer richtigen Deutung. Eine genauere Betrachtung zeigt jedoch, daß man nur im ersten Fall eine echte Verstärkung des primären Photostromes erhält. Diese Überlegungen werden durch einige Messungen bestätigt.

Für Diskussionen möchte ich den Herren R. EMEIS, A. HERLET und E. SPENKE herzlich danken.

Literatur: [1] SHOCKLEY, W., M. SPARKS und G. T. TEAL: Phys. Rev. **83**, 157 (1951). — [2] WIESNER, R.: Radio Electron. **21**, 630 (1955). — DOSSE, J.: Der Transistor, S. 67. München: R. Oldenbourg 1957. — [3] LEHOVEC, K.: Z. Naturforsch. **1a**, 258 (1946). — [4] WIESNER, R.: In W. SCHOTTKY, Halbleiterprobleme, Bd. III, S. 859–874. Braunschweig: F. Vieweg & Sohn 1956. — [5] SHIVE, N., und P. ZUK: Bell Labor. Rec. **33**, 445 (1955). — [6] SHIVE, N.: Bell Labor. Rec. **28**, 337 (1950).

DR. ARNULF HOFFMANN,  
Siemens-Schuckert-Werke AG,  
Laboratorium Pretzfeld i. Ofr.

<sup>1</sup> Dem Stromunterschied entsprechend wächst im ersten Fall auch die Basis-Emitterspannung über  $U_L$  an; sie wird von der treibenden äußeren Batterie-Spannung geliefert.

<sup>2</sup> Herrn H. BENDA möchte ich für seine Unterstützung bei diesen Messungen danken.



## Eine Prüfapparatur für Photohalbleiter

VON REINHARD GERETH und HELMUT A. MÜSER

Mit 9 Textabbildungen

(Eingegangen am 16. April 1958)

### Einleitung

Photowiderstände als Strahlungsempfänger werden fast immer in Wechsellichtanordnung verwendet. Bei entsteht an einem mit dem Photowiderstand in Reihe geschalteten Arbeitswiderstand ein Wechselspannungssignal.

Maßgebend für die Güte eines Photowiderstandes sind in erster Linie die Empfindlichkeit (Größe des gegebenen Signals bei gegebener Bestrahlungsleistung<sup>1</sup>), die spektrale Verteilung der Empfindlichkeit und die kleinste nachweisbare Strahlungsleistung. Außerdem interessiert die Proportionalität des Signals zur eingestrahlten Leistung (Intensitätsproportionalität) und zur angelegten Spannung (Ohmsches Verhalten), sowie die Abhängigkeit des Signals von der Modulationsfrequenz der Belichtung. Um die besten Bedingungen für den Nachweis einer möglichst kleinen Strahlungsleistung zu ermitteln, muß die günstigste Zellenspannung und Modulationsfrequenz bekannt sein. Das schließt die Notwendigkeit ein, die Abhängigkeit des Halbleiterrauschens von der Zellenspannung und das Frequenzspektrum des Rauschens zu untersuchen.

Im folgenden wird eine Apparatur beschrieben, die gestattet, die Daten eines Photowiderstandes unter den günstigsten Betriebsbedingungen in einfacher Weise zu bestimmen. Das Hauptproblem besteht darin, das Rauschen des Photowiderstandes soweit wie möglich zu unterdrücken. Es wird durch Verwendung eines phasenempfindlichen Gleichrichters gelöst.

### 1. Zur Theorie

Die Theorie des inneren Photoeffektes in ihrer einfachsten Form nimmt an, daß in dem Photowiderstand durch Belichtung zusätzliche Leitungsträger erzeugt werden, die nach Ablauf einer mittleren Lebensdauer  $\tau$  wieder in den gebundenen Zustand zurückkehren. Bei der Wechselbelichtung der Amplitude  $L$  und der Frequenz  $\omega$  wird nach SCHÖNWALD [1] die Größe des Signals dem Faktor  $L\tau/\sqrt{1+\omega^2\tau^2}$  und der angelegten Spannung proportional. Danach sollte das Signal solange unabhängig von der Belichtungsintensität sein, wie  $\omega \ll 1/\tau$  ist, und für größere Belichtungsintensitäten proportional zu  $1/\omega$  abfallen. Voraussetzung ist dabei, daß  $\tau$  groß gegenüber der Zeitkonstanten  $RC$  des Meßkreises ist.

Das Rauschen besteht aus zwei Anteilen: dem Nyquist-Rauschen und dem Stromrauschen. Das Nyquist-Rauschen ist von der Zellenspannung unabhängig, das Stromrauschen dagegen der Zellenspannung proportional.

Bei einer exakten Definition der Empfindlichkeit muß die günstigste Arbeitsbedingung voraussetzen und auf linearen Zusammenhang zwischen Signal und Bestrahlungsleistung extrapolieren.

nung proportional. GISOLF [2] gibt für den Effektivwert des Stromrauschens folgende Formel an:

$$I_{\text{eff}}^2(f) = \frac{e\mu F^2\tau}{R} \int_0^{f+\Delta f} \left( \frac{\sin \pi f\tau}{\pi f\tau} \right)^2 df$$

( $e$  = Elementarladung,  $\mu$  = Beweglichkeit,  $F$  = Feldstärke,  $\tau$  = Lebensdauer,  $R$  = Widerstand des Halbleiters,  $\Delta f$  = Bandbreite der Meßanordnung).

Für niedrige Frequenzen ( $f\tau \ll 1$ ) wird das Integral gleich der Bandbreite  $\Delta f$ , und in dieser Näherung ist

$$I_{\text{eff}}^2(f) = \frac{e\mu F^2\tau}{R} \Delta f.$$

Für Frequenzen  $f > 1/\tau$  erhält man für den Effektivwert des Rauschstromes einen Abfall mit  $1/f$ . Der Zusammenhang zwischen Rauschstrom und Rauschfrequenz ist also ganz ähnlich wie der Zusammenhang zwischen Signal und Belichtungsfrequenz.

Aus dieser einfachen Theorie lassen sich folgende Regeln für das Arbeiten mit Photowiderständen ableiten:

1. Man arbeite mit so großer Zellenspannung, daß das Stromrauschen groß gegen das Nyquist-Rauschen wird. Eine weitere Steigerung der Zellenspannung bringt keinen Vorteil mehr, weil dann Signal und Rauschen spannungsproportional ansteigen, ihr Verhältnis sich also nicht weiter verbessert.
2. Man sollte das Signal mit einem Verstärker von möglichst geringer Bandbreite verstärken, damit alle die Anteile des Rauschens unterdrückt werden, die nicht die Belichtungsfrequenz  $\omega$  haben.
3. Die Belichtungsfrequenz sollte beliebig sein, da Signal und Rauschen den gleichen Frequenzgang zeigen.

Die genannten Folgerungen liefern wertvolle Richtlinien für das praktische Arbeiten mit Photowiderständen; doch können die Abweichungen von der einfachen Theorie so groß sein, daß sie für die Praxis nicht zu vernachlässigen sind. Diese Abweichungen können folgende Auswirkungen haben:

1. Wenn das Widerstandsverhalten merklich von Übergangswiderständen (zwischen den Halbleiterkörnern einer polykristallinen Schicht oder zwischen Halbleiter und Zuführungselektrode) bestimmt wird, ist das Signal nicht mehr spannungsproportional;
2. bei starker Bestrahlung ist das Signal nicht intensitätsproportional (stark ist jede Bestrahlung, bei der der Photostrom nicht klein gegen den Dunkelstrom ist);
3. die Beschreibung der Rekombinationsvorgänge durch eine einzige Zeitkonstante  $\tau$  ist im allgemeinen zu einfach; dadurch gehen die Frequenzgänge von Rauschen und Signal nicht mehr parallel;
4. sobald Effekte durch Erwärmung auftreten, wächst das Rauschen stärker als spannungsproportional.

tional. Aus diesen Gründen kann man die Leistungsgrenze eines Photowiderstandes nur experimentell ermitteln.

Die kleinste nachweisbare Strahlungsleistung ist abhängig von der spektralen Empfindlichkeit des Photowiderstandes, ist also je nach der eingestrahlten Wellenlänge verschieden groß. Um zu einer von der Wellenlänge unabhängigen Angabe zu kommen, liegt es für die ultratempfindlichen Photohalbleiter (vor allem PbS, PbSe, PbTe) nahe, die Strahlung des Schwarzen Körpers einer durch Konvention festzulegenden Temperatur als Standardverteilung anzulegen und die kleinste nachweisbare Leistung darauf zu beziehen. So kommt man zur Definition des Schwellwertes  $S$ , das ist diejenige Strahlungsleistung eines

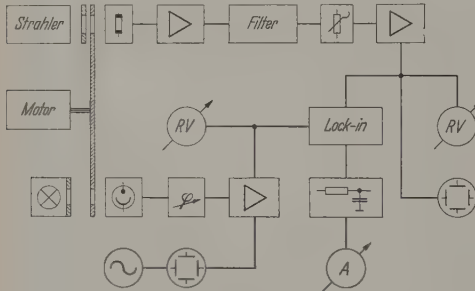


Abb. 1. Blockschaltbild der Meßanordnung

Schwarzen Körpers von 500° K, die am Anzeigeinstrument den gleichen Ausschlag erzeugt wie die Quadratwurzel aus dem mittleren Schwankungsquadrat des Zellenrauschens. Dieses mittlere Schwankungsquadrat ist proportional der Bandbreite  $\Delta f$  der benutzten Meßanordnung; daher wird  $S \sim \sqrt{\Delta f}$ . Durch Einengen der Bandbreite kann man zwar das Rauschen unterdrücken, doch verlängert man damit die Meßzeit  $t_M$ , die dem reziproken Wert der Bandbreite  $\Delta f$  proportional ist. Nach DAHLKE und HETTNER [3] ist aber das Produkt  $S \sqrt{t_M}$  für die Leistungsfähigkeit eines Strahlungsempfängers maßgebend. Die charakteristische Größe  $S \sqrt{t_M}$  oder  $S/\sqrt{\Delta f}$  ist ein von der speziellen Meßanordnung unabhängiger, die Güte des Photowiderstandes kennzeichnender Wert.

Der Vorteil der Definition des Schwellwertes liegt darin, daß man nur einen festen Wert und nicht eine spektrale Verteilungskurve zur Charakterisierung eines Photowiderstandes angeben muß; ihr Nachteil ist die Willkür in der Wahl der Temperatur des Schwarzen Körpers.

## 2. Meßanordnung

Um die störenden Rauschspannungen zu unterdrücken, wird ein sog. „phasenempfindlicher Gleichrichter“ (im angelsächsischen Schrifttum „Lock-in“ genannt) verwendet. Das Prinzip besteht darin, das Gemisch von Rauschspannungen und Signal mit einer „Referenzspannung“ zu überlagern, die nach Frequenz und Phasenlage genau mit dem Signal übereinstimmt, und die so entstehenden Spannungen einem Gleichstrominstrument zuzuführen. Diese Spannungen enthalten eine Gleichkomponente und störende niederfrequente Wechselkomponenten. Die Gleichkomponente wird von denjenigen Anteilen des Signal-Rausch-Gemisches gespeist, die mit der Referenzspannung in

der Frequenz übereinstimmen und eine konstante Phasenlage zu ihr haben. Die Störspannungen dagegen stammen von den Komponenten des Rausches, welche nahezu die Signalfrequenz besitzen. „Nahezu“ gleich der Signalfrequenz ist dabei eine Frequenz, die weniger als die reziproke Zeitkonstante des Gleichstrominstruments von der Signalfrequenz abweicht. Indem man die Trägheit des Gleichstrominstruments vergrößert, läßt sich (auf Kosten der Einstellzeit, der Meßzeit) das Rauschen beliebig unterdrücken (s. MEINKE-GUNDLACH [4]).

Die in der Literatur (z. B. [5], [6]) beschriebenen Schaltungen für phasenempfindliche Gleichrichter arbeiten meist bei einer bestimmten Frequenz oder in einem engen Frequenzbereich. Für den vorliegenden Anwendungszweck mußte jedoch ein weiterer Frequenzbereich zu überstreichen sein. Daher wurde in unsere Lock-in das Prinzip der multiplikativen Mischung der beiden Spannungen angewandt.

Abb. 1 zeigt die Meßanordnung im Blockschaltbild. Dabei ist als Beispiel an einen ultratempfindlichen Photowiderstand gedacht; die Strahlungsquelle ist ein Schwarzer Körper.

Dieser Schwarze Körper besteht aus einem hochtemperaturbeständigen Edelstahlrohr<sup>1</sup> von 500 mm Länge, 60 mm Durchmesser und 2 mm Wandstärke, das man im Dauerbetrieb bis zu 1000° C erhitzen kann. Die wesentliche Querwand im Innern des Schwarzen Körpers ist 285 mm von der Strahlenaustrittsöffnung entfernt. Sie ist 14 mm dick und mit ringförmigen Rillen versehen, deren Flächennormale um 20° gegen die Achse des Ofens geneigt ist, damit kein Flächenelement senkrecht zur Achse steht. Die strahlende Öffnung des Schwarzen Körpers hat einen Durchmesser von 28 mm. Auf sie folgen in Richtung auf die Querwand 3 Blendenringe. Die Temperatur im Hohlraumstrahler wird mit Hilfe eines Pt-PtRh-Thermoelementes gemessen.

Vor der strahlenden Öffnung des Schwarzen Körpers befindet sich ein Blendensystem. Es soll

1. die Erwärmung der Modulationsscheibe verhindern;
2. die Abkühlung des Schwarzen Körpers vermeiden, die durch starke Luftbewegung bei hohen Motordrehzahlen verursacht wird;
3. die Ofenstrahlung zu unterbrechen gestatten.

Abb. 2 zeigt, wie das erforderliche Blendensystem ausgeführt ist. Alle Blendenöffnungen sind so dimensioniert, daß die letzte Blende vor der Scheibe des Lichtmodulators die Strahlung begrenzt. Eine Kontrollmessung ergab, daß die Temperatur im Schwarzen Körper mit vorgesetztem Blendensystem bis zu einem Abstand von 220 mm von der Querwand auf  $\pm 2$ ° konstant war.

Unmittelbar vor der strahlenbegrenzenden Blende wird die Strahlung durch eine rotierende Lochscheibe moduliert. Diese wird durch einen Gleichstrom-Nebeenschlußmotor angetrieben, dessen Drehzahl in einem weiten Bereich (etwa 40 ... 7000 Umdrehungen/Minute) regelbar ist. Die Scheibe hat einen Durchmesser von 350 mm. Sie besteht aus 1,5 mm starkem Duraluminium. Zur Versteifung wurden von beiden Seiten nach außen konisch zulaufende Aluminiumflansche

<sup>1</sup> „Thermax 10 A“ der Deutschen Edelstahlwerke, Krefeld, denen wir für die kostenlose Lieferung dieses Rohmaterials danken.



mm Durchmesser) angebracht. Durch diese Kon-  
tion wurde erreicht, daß die Scheibe auch noch  
7000 Umdrehungen pro Minute mechanische  
lität besitzt. Im Abstand von 160,5 mm von der  
mitte sind 72 Schlitzte ( $7 \times 15$  mm), um je  $5^\circ$   
tzt, in die Scheibe eingefräst. Um die Strahlungs-  
sität sinusförmig modulieren zu können, wird  
ittelbar vor die Scheibe in der Höhe der Schlitzte  
Sinusblende eingesteckt. Sie kann durch Blenden  
er Form ausgetauscht werden.

ie modulierte Strahlung fällt auf den zu unter-  
ndenden Photowiderstand. Mit ihm in Reihe liegt  
Arbeitswiderstand  $R$ , der den Eingang des „Si-  
kanals“ bildet (Abb. 1, oberer Pfad). Der Wider-  
 $R$  muß so klein sein, daß die unvermeidlichen  
tkapazitäten auch bei den höchsten Belichtungs-  
enzen noch keinen merklichen Nebenschluß

1.  
as am Arbeitswiderstand abgegriffene Signal wird  
n NF-Breitbandverstärker zugeführt. Es ist ein  
tufiger, RC-gekoppelter Verstärker mit einer  
breite von 1 Hz bis 210 kHz bei einer maximalen  
ärkung von  $6 \cdot 10^4$ , die in vier Stufen je 1:10  
enzunabhängig untersetzt werden kann. Die  
ngsstufe des Verstärkers wird mit Unterspan-  
n betrieben, um den Funkel-Effekt herabzu-  
n. Damit der Verstärker unempfindlich gegen  
anische Erschütterungen ist, wurden alle Röhren  
inen Dunloprenesockel gesetzt. Dunloprene ist  
unststoff, der nach einer erlittenen Deformation  
odisch in seinen Ausgangszustand zurückkehrt.  
efflich wurde der Verstärker noch in einen mit  
oprene ausgeschlagenen Kasten gesetzt, damit  
Mikrophonie auftritt. Das ist wichtig, weil  
den bei hohen Drehzahlen der Lochscheibe auf-  
nden Pfeiftönen auch solche sind, welche die  
e Frequenz besitzen wie das Meßsignal. Sie  
ten somit trotz anschließender phasenempfind-  
n Gleichrichtung einen Fehlausschlag des An-  
strumentes erzeugen.

inter dem NF-Verstärker folgt eine Kathoden-  
zur Anpassung an die nachgeschalteten Terz-  
t. Diese Bandpässe in  $\pi$ -Schaltung dienen zur  
n Beschneidung des Frequenzbandes. Der  
ch von 50 Hz bis 11,4 kHz ist in 48 halbe Terzen  
teilt. Bei der Messung ist jeweils dasjenige Terz-  
auszuwählen, dessen Bandmittenfrequenz am  
n mit der Signalfrequenz übereinstimmt. Auf  
Bandpässe folgt ein Präzisionsuntersetzer (Fehler  
b) in Form einer Kathodenstufe. Durch ihn kann  
absolutmessungen der Verstärkungsgrad der ge-  
nen Anordnung meßbar auf den gewünschten  
eingestellt werden. Die Untersezung geschieht  
in drei Stufen (1:1, 1:10, 1:100); jede Stufe für  
st noch einmal logarithmisch in 10 Stufen unter-

ie von dem Meßuntersetzer abgegebene Span-  
wird einem Nachverstärker<sup>2</sup> zugeführt. Sein  
ärkungsgrad ist von  $10^{-1} \dots 10^3$  in fünf Stufen  
10 regelbar. Auf den Nachverstärker folgt wahl-

zur unmittelbaren Messung ein Röhrenvolt-  
<sup>3</sup>, wenn das Signal groß gegen die Störungen ist  
bei der Bestimmung des Frequenzganges), oder

2B-25a, b, c der Firma Wandel & Goltermann, angepaßt  
 $R_A = 600 \Omega$ .

2. die Mischröhre des phasenempfindlichen Gleich-  
richters, wenn die Rauschspannungen unterdrückt  
werden müssen.

Parallel zu 1. oder 2. liegt zur visuellen Kontrolle  
des Signals ein Breitband-Oszillograph<sup>4</sup>.

Die zur Steuerung des phasenempfindlichen Gleich-  
richters nötige Wechselfspannung („Referenzspan-  
nung“) wird von einer Vakuumphotozelle erzeugt. Sie  
erhält eine Wechselbelichtung von der beschriebenen  
rotierenden Scheibe in Verbindung mit einer Glüh-  
birne (vgl. Abb. 1). Dadurch wird erreicht, daß  
Signal- und Referenzspannung stets die gleiche Fre-  
quenz haben. Um auch die richtige Phasenlage zu  
gewährleisten, sind Photozelle und zugehörige Licht-  
quelle diametral gegen das Meßobjekt versetzt auf

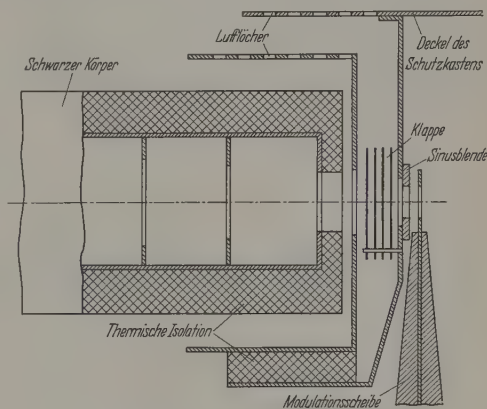


Abb. 2. Blendensystem des Schwarzen Körpers

einem Schlitten angeordnet, der durch eine Schraube  
auf einem Kreisbogen um die Motorachse als Mittel-  
punkt beweglich ist. Dieser mechanische Phasen-  
schieber hat gegenüber einem elektronischen den Vor-  
teil, daß man ohne großen Aufwand über den gesamten  
Frequenzbereich amplitudentreu und frequenzunab-  
hängig die Phasenlage zwischen den zu überlagernden  
Spannungen verändern kann.

Die von der Vakuumphotozelle abgegebene Sinus-  
spannung von etwa 0,1 V<sub>eff</sub> gelangt über den „Refe-  
renzkanal“ zum phasenempfindlichen Gleichrichter.  
In Abb. 1 besteht dieser Kanal im direkten Pfad nur  
aus einem Verstärker. Die beiden Abzweigungen  
dienen zur Messung von Frequenz und Amplitude der  
Referenzspannung. Die Frequenz erhält man, indem  
man mit einem Bruchteil der Referenzspannung und  
der Spannung eines RC-Generators<sup>5</sup> auf einem Oszillo-  
graphenschirm Lissajous-Figuren erzeugt. Die Am-  
plitude wird mit einem Röhrenvoltmeter gemessen.

Abb. 3 zeigt den eigentlichen phasenempfindlichen  
Gleichrichter. Man erkennt, daß sich der Referenz-  
kanal hinter dem in Abb. 1 gezeichneten Verstärker  
fortsetzt. Zunächst folgt eine Kathodenstufe, die eine  
frequenzunabhängige Regelung der Referenzspan-  
nungsamplitude ermöglicht. Durch einen Umschalter  
kann die Referenzspannung wahlweise statt von der

<sup>2</sup> Verstärker UBM der Firma Rohde & Schwarz, hier als  
Breitbandverstärker 45 Hz ... 400 kHz verwendet.

<sup>3</sup> URI von Rohde & Schwarz.

<sup>4</sup> Grundig 705a.

<sup>5</sup> GM 2315 von Philips (20 Hz ... 20 kHz).

Photozelle direkt aus einem Generator bezogen werden. In diesem Sonderfall benötigt man einen elektronischen Phasenschieber; er ist im Normalfall (Betrieb mit Photozelle) ausgeschaltet, weil dann der mechanische Phasenschieber vorzuziehen ist. Der

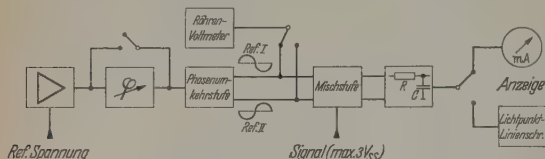


Abb. 3. Blockschaltbild der Lock-in-Anordnung

elektronische Phasenschieber besteht aus einer Phasenumkehrstufe, zwischen deren beiden Ausgängen ein  $RC$ -Glied liegt. Vom Mittelpunkt dieses frequenzabhängigen Spannungsteilers erhält man eine gegen Chassis asymmetrische Wechselspannung, deren Pha-

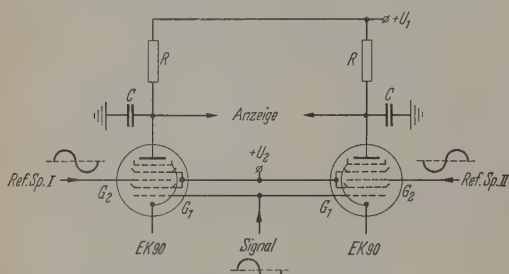


Abb. 4. Schaltung der Mischstufe

senlage durch  $R$  und  $C$  festgelegt wird. Wird der elektronische Phasenschieber abgeschaltet, so arbeitet die Phasenumkehrstufe als zweistufiger  $RC$ -gekoppelter Verstärker mit Stromgegenkopplung. Bei kleinen Eingangssignalen kann man diese Gegenkopplung

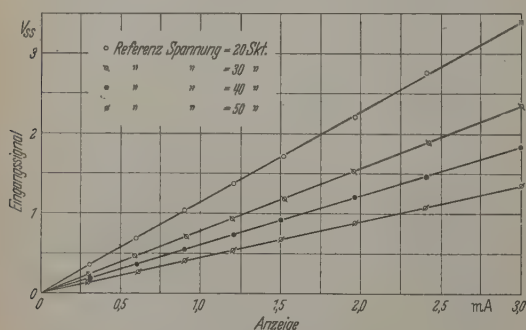


Abb. 5. Eichung des Lock-in

durch drei innere Steckkontakte aufheben und erhöht damit den Verstärkungsgrad jeder Stufe um den Faktor 4. Auf die Phasenschieberstufe folgt eine Phasenumkehrstufe, die die gegenphasigen Steuerungsspannungen (Ref. I und II in Abb. 3) für die Mischröhren liefert. Sie werden mit einem Röhrenvoltmeter gemessen. Der Verstärkungsgrad der Stufen von der Kathodenstufe bis zur Phasenumkehrstufe beträgt maximal 560 ohne und 56 mit Phasenschieber in einem Bereich von 20 Hz bis 15 kHz.

Signalkanal und Referenzkanal laufen in der Mischstufe zusammen, die das Kernstück des phasen-

empfindlichen Gleichrichters bildet. Sie besteht aus zwei Heptoden EK 90. Das Prinzip der Schaltung zeigt Abb. 4. Das Signal bzw. das Signal-Raum-Gemisch wird über zwei Kathodenstufen (zur I-Kopplung) den vorderen Steuergittern  $G_1$  im Gleichtakt, die Referenzspannung den hinteren Steuergittern  $G_2$  im Gegentakt zugeführt. Die Phasenlage ist so, daß an der einen Mischröhre Signal- und Referenzspannung in Phase, an der anderen um  $180^\circ$  verschoben sind.

Setzt man Linearität der Kennlinien voraus — trifft bei der EK 90 bei geeigneter Wahl des Arbeitspunktes für einen Aussteuerbereich von etwa 3 zu —, dann tritt bei der multiplikativen Mischung zweier Spannungen, die an die beiden Steuergitter der Heptoden gelegt werden, in dem Anodenstr-

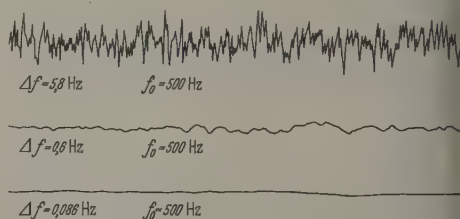


Abb. 6. Demonstration der Rauschunterdrückung durch eine Lock-Anordnung (Ausschnitte aus Registrierungen von 50 sec Dauer)

neben den beiden Eingangsspannungen nur noch ihr Produkt auf. Die Wechselspannungen werden durch die Kondensatoren  $C$  kurzgeschlossen; die Änderung des Spannungsabfalls an den Widerständen  $R$  auf. Wegen der Gegenphasigkeit der Spannungen an den Gittern  $G_2$  hat diese Änderung an den beiden Röhren das entgegengesetzte Vorzeichen. Das zwischen den Röhren liegende Gleichspannungsinstrument zeigt also das Doppelte der Änderung an, die an einer Röhre erzeugt wird.

Dieses „Gleichspannungsinstrument“ besteht aus einer  $RC$ -Kombination, die als Tiefpaß mit variabler Zeitkonstante wirkt, einer Röhrenbrücke und wahlweise einem Milliampereometer (3 mA, 10 Ω) oder einem Lichtpunkt-Linienschreiber<sup>1</sup>. Der Tiefpaß für die Zeitkonstante der Anordnung maßgebend, sie konnte durch Umschalten wahlweise auf 2, 4, 10 und 30 sec eingestellt werden. Andere Zeitkonstanten erhält man durch Zuschalten äußerer Kapazitäten mit Hilfe der dafür vorgesehenen Buchsen. Die Röhrenbrücke besteht aus zwei als Kathodenstufe geschalteten Trioden, zwischen deren Kathoden das eigentliche Anzeigeinstrument liegt. Diese Anordnung zeichnet sich durch große Nullpunktstabilität aus.

Abb. 5 zeigt die Eichgeraden der beschriebenen Anordnung mit der Referenzspannung (in Skalenteilen des Röhrenvoltmeters) als Parameter. Die Abweichung von der Linearität ist etwa 2% des Vollausschlages. Bei den Messungen wurde die Referenzspannung grundsätzlich auf 40 Skt. eingestellt.

Abb. 6 demonstriert die Wirksamkeit der Rauschbeschneidung durch den phasempfindlichen Gleichrichter. Es handelt sich dabei um Ausschnitte von drei Registrierkurven des Lichtpunkt-Linienschreibers.

<sup>1</sup> RLt 4 N von Hartmann & Braun. Wir danken der Firma, die das Gerät leihweise zur Verfügung stellte.



enen Durchlaßfrequenz  $f_0$  und Eingangsrausch-  
(tude konstant blieben, während die Zeitkonstante  
iefpasses (hier umgerechnet auf „Bandbreite“ der  
dnung) verändert wurde.

### 3. Beispiel einer Messung

ls Beispiel werden die an einer käuflichen PbS-  
61 SV (Philips) erhaltenen Meßwerte wieder-  
ben. Die Zelle hatte folgende Daten:

enster: Glas,  
Virksame Oberfläche:  $6 \times 6$  mm,  
emperatur der Zelle: Zimmertemperatur,  
pektrale Empfindlichkeit: 0,3 bis 3  $\mu$ ,  
aximum der spektralen Empfindlichkeit: 2,5  $\mu$ ,  
unkelwiderstand: 1,42 M $\Omega$ .

Abb. 7 zeigt die Ermittlung der günstigsten Zellen-  
nung. Längs der Abszisse ist die an der Zelle und  
mit ihr in Reihe geschalteten Arbeitswiderstand

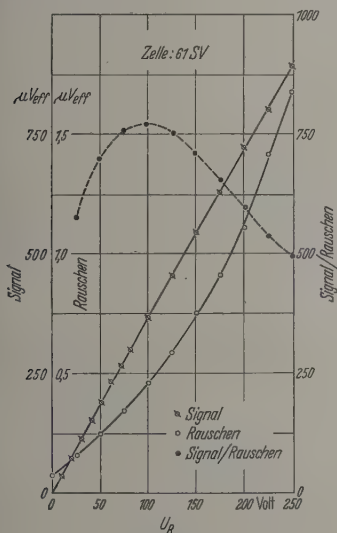


Abb. 7. Signal und Rauschen

k $\Omega$ ) liegende Batteriespannung  $U_B$  aufgetragen.  
der Messung der Rauschspannung wurde der  
owiderstand nicht belichtet. Die vom Lichtpunkt-  
schreiber aufgezeichneten Rauschdiagramme  
len mit einem Planimeter<sup>1</sup> ausgewertet, das  
n dem Mittelwert des Kurvenzuges zugleich auch  
mittlere Schwankungsquadrat aufzeichnet.

Die Signalspannung wurde unter folgenden Be-  
ingungen gemessen:

Belichtungsfrequenz ( $f$ ): 800 Hz,  
Bandbreite ( $\Delta f$ ): Terzfilter: 712 ... 899 Hz; Lock-  
a: 0,6 Hz,

Temperatur der Zelle ( $t_0$ ): 24° C,

Arbeitswiderstand ( $R$ ): 500 k $\Omega$ ,

Strahlungsquelle ( $T_s$ ): Schwarzer Körper von  
00° K,

Dichte der Strahlungsleistung am Ort des Emp-  
fängers: 3,28  $\mu$ Watt/cm<sup>2</sup>.

Aus der Abbildung ist zu sehen, daß die günstigste  
iebsspannung etwa 100 V beträgt.

Grund- und Quadrat-Linealplanimeter von A. Ott,  
oten.

Abb. 8 zeigt die Ermittlung der günstigsten Be-  
lichtungsfrequenz. Bei der Aufnahme des Rausch-  
spektrums wurde der phasenempfindliche Gleich-  
richter durch einen RC-Generator<sup>2</sup> gesteuert. Die aus  
Abb. 7 entnommene Batteriespannung von 100 V  
wurde bei dieser Messung angewandt; im übrigen  
waren die Meßbedingungen die gleichen wie oben. Als  
günstigste Belichtungsfrequenz ergibt sich 2 kHz.  
Wäre dieser Wert erheblich von der bei Abb. 7 be-  
nutzten Frequenz von 800 Hz verschieden, so hätte

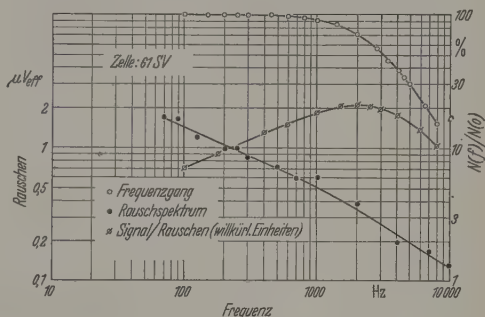


Abb. 8. Rauschspektrum und Frequenzgang

man diese Messung mit der (aus Abb. 8 ermittelten)  
Frequenz 2 kHz zu wiederholen.

Der Frequenzgang des Signals ist bei höheren Be-  
lichtungsfrequenzen durch den großen Arbeitswider-  
stand etwas verfälscht, wie Abb. 9 zeigt. Bei der  
dieser Abbildung zugrunde liegenden Messung wurde

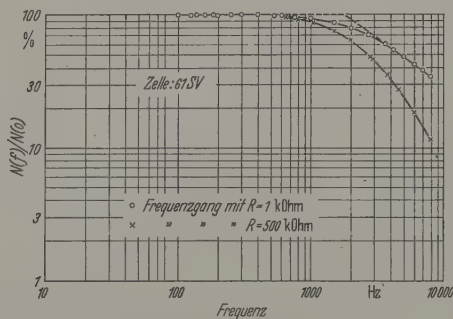


Abb. 9. Frequenzgang bei verschiedenen Arbeitswiderständen

mit einem großen Signal (Temperatur des Schwarzen  
Körpers 1143° K) die Abhängigkeit des Signals von  
der Belichtungsfrequenz (bei sonst gleichen Bedin-  
gungen) einmal mit einem Arbeitswiderstand von  
500 k $\Omega$  und einmal mit 1 k $\Omega$  aufgenommen. Wenn  
man die Zeitkonstante des Photoeffektes bestimmen  
will, wird man einen derartig kleinen Arbeitswider-  
stand anwenden müssen. Beim Nachweis kleiner  
Signale ist der große Arbeitswiderstand aus Anpas-  
sungsgründen notwendig.

Bei einer Temperatur des Photowiderstandes von  
24° C betrug bei günstigsten Arbeitsbedingungen und  
einer Bandbreite von 0,6 Hz der Schwellwert  $1,3 \cdot 10^{-9}$   
Watt. Dabei wurde eine relative Widerstandsände-  
rung von  $2,0 \cdot 10^{-8}$  nachgewiesen. Die Zeitkonstante  
des Photoeffektes war 89  $\mu$ sec.

<sup>2</sup> GM 2315 von Philips.

## Zusammenfassung

Mit der beschriebenen Prüfapparatur können Ohmsches Verhalten, spektrale Empfindlichkeit, Stromrauschen, Rauschspektrum und Schwellwert von Photohalbleitern bestimmt werden. Die zu untersuchende Strahlung wird mechanisch durch eine rotierende Lochscheibe moduliert; damit können Belichtungsfrequenzen zwischen 50 Hz und 8 kHz eingestellt werden. Die am Arbeitswiderstand der Photozellen auftretende Signalspannung wird durch einen phasenempfindlichen Gleichrichter nachgewiesen, dessen Kernstück eine Mischröhre ist, die Signal und Störspannungen mit einer Referenzspannung multipliziert. Dieser phasenempfindliche Gleichrichter arbeitet frequenzunabhängig zwischen 20 Hz und 15 kHz.

An einer Philips-PbS-Zelle 61 SV erhaltene Ergebnisse werden als Beispiel mitgeteilt.

Zum Schluß danken wir Herrn Professor M. CZERNY und der Deutschen Forschungsgemeinschaft, die die apparativen Hilfsmittel für diese Arbeit zur Verfügung stellten.

**Literatur:** [1] SCHÖNWALD, B.: Ann. Physik 15, (1932). — [2] GISOLF, J.H.: Physica, Haag 15, 825 (1949). [3] DAHLKE, W., u. G. HETTNER: Z. Physik 117, 74 (1941). [4] MEINKE-GUNDLACH: Taschenbuch der HF-Technik, S. 1036ff. Berlin-Göttingen-Heidelberg 1956. — [5] STER, N.A.: Rev. Sci. Instrum. 22, 254 (1951). — [6] H.L.: Rev. Sci. Instrum. 24, 307 (1953).

Dipl.-Phys. R. GERETH und Professor Dr. H.A. MÜSE, Physikalisches Institut der Universität Frankfurt a.M.

## Messung von Voltaspannungen mit Hilfe der Methode des rotierenden Ankers

VON WERNER SCHAAFFS

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 2. Juni 1958)

## 1. Definition und Eigenschaften der Voltaspannung

Die Voltaspannung<sup>1</sup>  $V_{2,1}$  eines leitenden Stoffes gegen einen anderen leitenden Stoff, insbesondere eines Metalles gegen ein anderes Metall, wird als Differenz der Elektronenaustrittsspannungen beider Stoffe definiert und gemessen. Es ist

$$V_{2,1} = V_2 - V_1.$$

Die ersten Beobachtungen der durch die Voltaspannung beschriebenen Erscheinungen gehen auf VOLTA

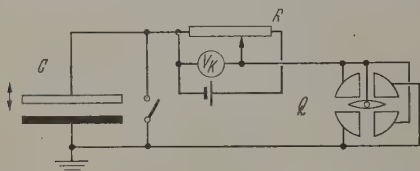


Abb. 1. Klassische Kondensatormethode zur Messung von Voltaspannungen

zurück [1]. Die klassische Meßmethode der Voltaspannung, die sogenannte Kondensatormethode, wurde von Lord KELVIN [2] ausgearbeitet. Das tiefere Verständnis und die atomistische Interpretation der Definition hat zuerst O. W. RICHARDSON [3] gegeben. Befinden sich die beiden Metalle auf etwas verschiedener Temperatur, so ist an der Definitionsgleichung noch eine Korrektur durch den Peltier-Effekt anzubringen. Dieser ist aber vernachlässigbar klein.

Eine Übersicht und einige grundsätzliche Erläuterungen über die Meßmethoden der Voltaspannung haben in neuerer Zeit R. BOURION [4] und K. MÖHRING [5] gegeben. Einige dieser Methoden setzen Hochvakuum voraus, andere beziehen sich nur auf

Gase und Flüssigkeiten. Eine universale Anwendbarkeit für Vakuum und Atmosphäre besitzt nur die alte Kondensatormethode. Sie existiert in verschiedenen Varianten, die auf die klassischen Arbeiten von R. KOHLRAUSCH [6] und Lord KELVIN [2] zurückgehen.

Die klassische Kondensatormethode ist in Abb. 1 skizziert. Bei Bewegungen der oberen Platte des Kondensators  $C$  macht das Quadrantelektrometer  $Q$  einen Ausschlag. Dieser ist trotz Bewegung der Kondensatorplatte immer dann gleich Null, wenn die Potentiometer  $R$  abgegriffene Kompensationsspannung  $V_k$  — richtige Polung der Batterie vorausgesetzt — gleich der Voltaspannung  $V_{2,1}$  zwischen den beiden Kondensatorplatten ist. In diesem Fall sind nämlich die durch die Bewegung hervorgerufenen Änderungen von Voltaspannung und Kompensationspannung einander gleich.

Die Definition der Voltaspannung und die Kondensatormethode lassen folgende wichtige Eigenschaften erkennen:

1. Die Voltaspannung ist eine relative Größe. Ihr Wert hängt von der Elektronenaustrittsspannung des Bezugsstoffes ab, in Abb. 1 also von dem Material der unteren Kondensatorbelegung. Als Bezugsstoff wurde in dieser Arbeit Gold gewählt.

2. Die Elektronenaustrittsspannung bzw. die Voltaspannung eines untersuchten Stoffes wird durch den Austrittsbereich der Elektronen, d.h. die Oberfläche bis zu einer gewissen Tiefe nach innen und nach außen, sehr stark beeinflusst, weil sich dort durch Adsorption oder chemische Bindung Fremdmoleküle anhalten, anlagern oder binden. Die Voltaspannung ist daher eine sehr empfindliche Testgröße für Oberflächenfremdschichten und verwendbar, wenn chemische Mikromethoden längst versagen.

3. Aus der Definition geht hervor, daß die geometrische Gestalt sowohl der Oberfläche des untersuchten Körpers wie des Bezugsstoffes nicht in die

<sup>1</sup> Für die Voltaspannung ist auch die weniger zweckmäßige Bezeichnung Kontaktpotential im Gebrauch. Dieses darf nicht mit dem elektrochemischen Potential, das durch die elektrochemische Spannungsreihe gegeben ist, verwechselt werden. — Die Definition wird oft auch  $V_{1,2} = -(V_1 - V_2)$  geschrieben.



le 1. Aus der Literatur entnommene Voltaspannungen verschiedener Metalle gegen Gold bei Zimmertemperatur und Hochvakuum

	$V_{2,1}$							
	Al	Fe	Ni	Cu	Zn	Ag	Sn	W
MICHAELSON . . . . .	-0.84	-0.22	+0.26	-0.11	-0.84	-0.30	-0.47	-0.08
SUHRMANN . . . . .	-0.61	-0.08	+0.13	+0.24	-0.44	-0.01	-0.32	-0.21

Ergebnis eingeht. Sie hat nur Einfluß auf die Genauigkeit und damit auf die Meßempfindlichkeit und Genauigkeit. Es ist bis heute noch nicht genügend bekannt worden, daß diese Eigenschaft der Voltanng sie in geradezu idealer Weise für ein technisches Prüfverfahren von Oberflächen prädestiniert. Manche Lehrbücher über die Physik dünner Schichten zeigen aber, daß die Voltspannung zur Beurteilung von Oberflächen praktisch keinen Eingang gefunden hat. Folgende Gründe mögen mitsprechen, obwohl sie nicht stichhaltig sind:

Man nimmt mit Recht an, daß die Anodenspannung  $V_{2,1}$  bzw. die Elektronenaustrittsspannung  $V_2$  bei gegebener Temperatur eine charakteristische Konstante ist, wenn sich der untersuchte Kathodenfilm im höchsten Vakuum befindet und eine Bedeckung mit Fremdgasmolekülen insbesondere des Sauerstoffs, nicht vorliegt. Man sollte daher meinen, daß die in der Literatur veröffentlichten Meßwerte, die nach verschiedenen Verfahren gewonnen worden sind und im höchsten Vakuum gelten sollen, übereinstimmen. Das ist aber meistens der Fall. Als Beispiel mögen die zusammenfassenden Tabellen der Elektronenaustrittsspannungen

I. B. MICHAELSON [7] und R. SUHRMANN [8], aus denen die Voltaspannungen zu berechnen sind, gelten. Tabelle 1 gibt einige technisch wichtige Metalle Vergleichsweise nach MICHAELSON und SUHRMANN. Der Versuch wirkt nicht ermutigend, zumal man erwarten darf, daß bei schlechtem Vakuum oder an gewöhnlicher Atmosphäre die Diskrepanzen noch größer werden. Ein zweiter Grund dürfte sein, daß die Voltanung im Hochvakuum gar nicht interessiert, darin alle Stoffe verändert sind und gerade jene Eigenschaften nicht zeigen, die sie in Atmosphäre ihren Beimischungen von Fremdgasen, Wasserdampf und Rauch sowie bei Oxydation besitzen. Ein dritter Grund für die bei Voltaspannungsmessungen auftretenden Unsicherheiten liegt in der schweigenden aber falschen Annahme, daß schon die geringste Fremdbedeckungen den Wert der Voltanung einer Oberfläche bleibend so verändern, sondern die dünnen Schichten daran nichts wesentliches mehr ändern. In einer nachfolgenden Arbeit soll vielmehr gezeigt werden, daß die Voltaspannung ausgeprägte Maxima und Minima durchläuft und daß dieser Verlauf die Ursache für alle bisher beobachteten Unsicherheiten ist.

## Technisches Meßgerät für Voltaspannungen

für technische Zwecke ist die klassische Kondensmethode nach Abb. 1 zu träge und zu unempfindlich. Daher sind schon von W. A. ZISMAN [9] und

anderen das Quadrantelektrometer durch eine Elektrometer-Elektronenröhre mit nachfolgendem Verstärker und der handbetrieene Plattenkondensator durch eine periodisch veränderliche Kapazität ersetzt worden. Keine der bekannten Anordnungen hat aber zu einem technisch durchentwickelten Meßgerät geführt, das auch bei kleinsten Kapazitätsänderungen unter 1 pF in schneller Aufeinanderfolge Messungen

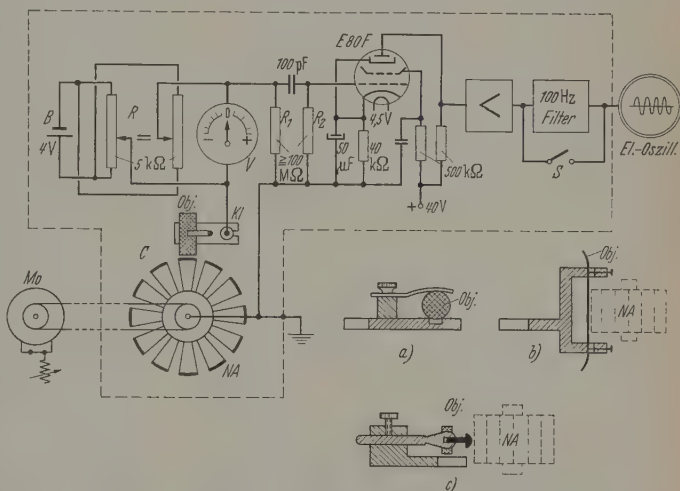


Abb. 2. Schaltbild zur Voltaspannungsmessung mit Hilfe der Methode des rotierenden Ankers

vorzunehmen und gerade dadurch die wichtigen relativ schnellen zeitlichen Änderungen der Voltaspannung zu erfassen gestattete. Ein solches Meßgerät soll hier beschrieben werden<sup>1</sup>.

Abb. 2 zeigt das Schaltschema des Geräts und drei Beispiele bewährter Objekthalterungen.

Der Kondensator  $C$  der Abb. 1 mit seiner veränderlichen Kapazität ist ersetzt durch einen Kondensator, dessen eine Belegung durch das Untersuchungsobjekt  $Obj$  und dessen andere Belegung durch den Nutenanker  $NA$  gebildet wird. Gemessen wird die Voltaspannung zwischen dem Objekt und dem vergoldeten Nutenanker. Die Kapazität wird verändert durch Antrieb mit Hilfe des Motors  $Mo^2$ , dessen Drehzahl regelbar ist. Der Nutenanker<sup>3</sup> besteht aus Messing und ist vergoldet. Die Polflächen sind poliert und müssen hellgelbe auf Porenfreiheit hindeutende Farbe haben. Als Antriebsschnur zwischen Anker und Motor hat sich nur dünne Schnur bewährt.

Die Versuchsobjekte *Obj* können sehr verschiedenartig gestaltet sein. Drei Arten der Halterung, einmal

<sup>1</sup> Erstmals vorgetragen auf dem Physikertag in Heidelberg 1957 [10].

<sup>2</sup> Geeignet ist ein Rührwerksmotor der Type RM 14, 80 bis 2000 Umdr. der Firma Janke & Kunkel KG.

<sup>3</sup> Bezeichnung gebildet nach dem entsprechenden Bauteil elektrischer Maschinen.

für massive Zylinder (a), dann für Platten, Blechstreifen oder Drähte (b), und schließlich für kleine Stifte oder Nieten (c) sind in Abb. 2 abgebildet worden. Die Halterungen werden unter den Klemmen  $Kl$  des Geräts so befestigt, daß zwischen dem Objekt und den Polen des Nutzenankers ein Spalt von einigen Zehnteln Millimeter verbleibt. Die Verwendung von Bernstein oder ähnlichen hochisolierenden Stoffen am Kondensator  $C$  oder an den Klemmen  $Kl$  ist wegen der nicht zu beseitigenden Haft- oder Reibungsladungen zu vermeiden.

Der von der eingebauten Taschenlampenbatterie  $B$  her gespeiste Kompensationskreis enthält ein Potentiometer  $R$ , das so gebaut und an  $B$  angeschlossen

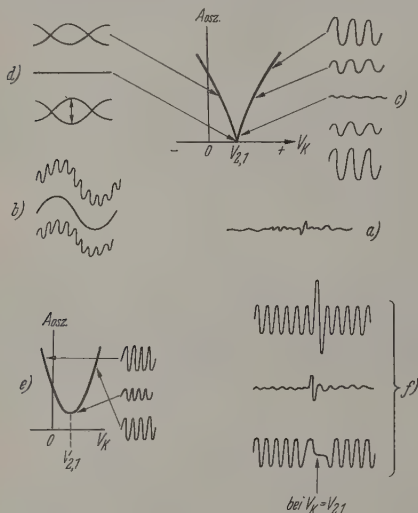


Abb. 3. Erläuterung der Varianten der Meßmethode

ist, daß bei Bewegung des Abgriffs die Teilwiderstände gegenseitig durchlaufen werden. Diese Konstruktion gewährt ein einwandfreies Durchlaufen des Nullwertes der Kompensationsspannung, die am Voltmeter  $V$  abgelesen wird. Ausschläge nach links bedeuten negative, nach rechts positive Voltaspannungen des Objektes gegen Gold.

Die bei Bewegung des Nutzenankers  $NA$  am Widerstand  $R_1$  auftretende Wechselspannung wird der Pentode E 80 F zugeführt. Es ist  $R_1 = R_2 \geq 100 \text{ M}\Omega$ . Diese Philips-Pentode E 80 F arbeitet bei einer Anoden-spannung von höchstens 40 V und bei verminderter Heizspannung als Elektrometerröhre, sie hat dabei noch einen Verstärkungsfaktor von etwa 50 und spricht auf mechanische Erschütterungen kaum an. Sie überträgt mit diesen Eigenschaften bei der angewendeten Meßmethode alle bekannten Spezial-Elektrometerröhren.

Im Ausgang der beiden Verstärkungsstufen liegt ein Elektronenstrahloszillograph, dessen Verstärker mitbenutzt wird. Auf dem Leuchtschirm des Oszillographen erscheint die an  $R_1$  liegende Wechselspannung verstärkt. Vor dem Elektronenstrahloszillographen befindet sich eine Siebkette, die so bemessen ist, daß sie eine Frequenz von 100 Hz durchläßt und für 50 Hz und 150 Hz eine Dämpfung von 4,6 Neper aufweist. Diese Dämpfungen entsprechen etwa dem Hundertstel der Spannungsamplitude bei 100 Hz.

Die erste Verstärkerstufe mit der Elektrometerröhre ergibt einen Verstärkungsfaktor von 50, die zweite Stufe verstärkt 10fach, die im Oszillograph liegende Stufe hat einen Faktor 500, der aber in seltensten Fällen benötigt wird. Der gesamte Verstärkungsgrad beträgt 250000; zumeist kommt er mit 50000 aus.

Eine Messung der Voltaspannung  $V_{2,1}$  des Untersuchungsobjekts  $Obj$  gegen das Gold des Nutzenankers geht so vor sich: Nach Einschalten des Motors wird die Drehzahl verändert, bis auf dem Schirm des Oszillographen die sinusförmige Wechselspannung 100 Hz erscheint und ein Maximum wird. Dann dreht man am Potentiometer  $R$ , bis die Amplitude der Wechselspannungskurve Null wird, und liest am Voltmeter  $V$  den angezeigten Wert ab. Dieser ist gleich der Voltaspannung  $V_{2,1}$  des Objektes gegen Gold. Ein Instrument hat Maximalausschläge von  $\pm 2 \text{ V}$ ; später wurde ein genaueres Instrument mit  $\pm 1 \text{ V}$  benutzt. Vielfach werden in der Literatur Voltaspannungsmessungen auf  $\pm 1 \text{ mV}$  angegeben. Der Verfasser bezweifelt es stark, ob diese Genauigkeitsangaben sinnvoll sind. Reproduzierbar sind solche Werte nicht. Ein mittlerer Fehler von  $\pm 20 \text{ mV}$ , wie er in der vorliegenden und der nachfolgenden Arbeit zugelassen ist, ist für die meisten Voltaspannungsmessungen ausreichend.

Zur Meßgenauigkeit und zu den verschiedenen Varianten der Methodik seien an Hand der Abb. 3 einige Ausführungen gemacht. Arbeitet man ohne Siebkette also bei geschlossenem Schalter  $S$  der Abb. 2 und damit bei verschiedenen Drehzahlen, so erscheint der Kompensation  $V_k = V_{2,1}$  der Störpegel gegen Abb. 3a. Er wird in erster Linie durch Ungleichmäßigkeiten im Lauf des Nutzenankers erzeugt. Diese lassen sich auch bei bester Lagerung in Kugellagern unter trotz der Bemühung, die Polflächen genau gleichartig zu machen, nicht vermeiden. Viel störender ist schon, wenn die technische Netzfrequenz von 50 Hz aus benachbarten Starkstromleitungen oder von der Zimmerbeleuchtung einstreut. Dieser Einfluß ist durch teilweises Hinunterklappen des Deckels des Geräts auszuschalten. Er kann aber nicht behoben werden, wenn das an den Klemmen  $Kl$  befestigte Versuchsojekt zu groß ist, z.B. die Form einer Stange oder eines langen Blechstreifens hat und über den Raum des Gerätes hinausragt. In diesem Falle kompensiert man gemäß Abb. 3b auf eine glatte Kurve der einwirkenden Netzfrequenz.

Die meisten Voltaspannungsmessungen können aber in der oben beschriebenen Form mit Siebkette gemacht werden. Meist stellt man sich die Kippfrequenz so ein, daß mehrere Wechselspannungsperioden auf dem Leuchtschirm erscheinen, und dreht den Widerstand  $R$ , bis die Amplitude  $A_{0sz}$  gemäß Abb. 3c Null wird. Will man aber den Einfluß schneller und relativ kleiner Änderungen der Voltaspannung rasch erkennen, z.B. den Einfluß einer Belichtung auf das Objekt während der Rotation des Nutzenankers, so erhöht man Kippfrequenz und Verstärkungsgrad, bis eine Kurvenfigur nach Abb. 3d erscheint. Die geringste Abweichung von  $V_k = V_{2,1}$  macht sich dann durch Aufspaltung der zugehörigen geraden Linie deutlich bemerkbar.

Bisweilen kommt es vor, daß auf einer Oberfläche größere Bereiche verschiedener Voltaspannung nebeneinander liegen oder daß es dort Stellen mit Ha-



Raumladung gibt. Das erstere tritt z.B. ein, wenn man eine geschabte Silberfläche durch nur ein Eintauchen in Quecksilber unvollständig amalgiert, das zweite liegt z.B. bei dem Sirufer gegen Material vor, einem für Hochfrequenzübertragungen gebrauchten ferromagnetischen Pulver in Polyleinbettung. In solchen Fällen ändert sich die Amplitude  $A_{osz}$  auf dem Leuchtschirm gemäß Abb. 4e. Man kann nur auf ein Minimum, nicht aber auf Null einstellen. Bei der Deutung und Bewertung der Voltaspannungsmessungen, die man zweckmäßig ohne Siebkette macht, ist Vorsicht geboten. Schließlich ist noch jene Variante der Meßmethode zu nennen, bei der der Bezugsstoff an den Klemmen  $K_1$  aufgetragen und die zu untersuchende Substanz auf einer Ankerpolfläche aufgebracht wird. In diesem Fall wird die Kippfrequenz des Elektronenstrahlzyllographen so gewählt, daß gemäß Abb. 3f alle 12 Ankerpole erzeugten Wechselspannungsperioden auf dem Leuchtschirm nebeneinander erscheinen. Die Siebkette ist dabei durch den Schalter  $S$  geschlossen. Der Pol mit der künstlich aufgetragenen Deckschicht hebt sich heraus. Seine Voltaspannung wird abgelesen, wenn die Amplitude seiner Periode Null geworden ist.

In Abb. 4 ist auf Grund einer Messung die Abhängigkeit der Amplitude  $A_{osz}$  auf dem Leuchtschirm von der Funktion der kompensierenden Spannung  $V_k$  bei verschiedenen Kapazitäten  $C$  des Voltakondensators dargestellt worden. Die Kurven wurden dadurch erhalten, daß ein Metallteil mit veränderlicher Breite  $b$  im Abstand von 0,5 mm unter dem Nutenanker  $NA$  hin- und hergeschoben wurde. Die Kapazitäten  $C$  sind aus den Breiten  $b$  überschlägig berechnet worden. Die Kurven lassen Meßempfindlichkeit und Meßgenauigkeit erkennen. Für  $b=10$  mm ist  $C=1,2$  pF, und eine Verminderung von  $V_k$  um 0,1 V hat man eine Amplitude von nur 0,5 mm. Setzt man aber den Abstand zwischen Anker und Objekt auf 0,1 mm, so wächst  $C$  auf das fünffache, und zur Verminderung um 0,1 V gehört jetzt eine Amplitude  $A_{osz}$  von etwa 2,5 mm. Die Verminderung des Abstandes führt damit die Erhöhung der an sich kleinen Kapazität bei kleinen Versuchsobjekten stets der Weg zur Erhöhung von Empfindlichkeit und Genauigkeit.

#### Technische Voltaspannungen einiger Metalle gegen Gold

In der Tabelle 2 ist eine mit den beschriebenen Meßmethoden gemessene Serie von Werten der Voltaspannung verschiedener Metalle gegen Gold zusammengestellt. Im Unterschied zu den Vakuumwerten haben diesen Werten die Bezeichnung „technische Voltaspannungen“ gegeben. Diese Bezeichnung, die wir später öfters gebrauchen werden, soll folgendes zum Ausdruck bringen:

Eine Messung in Atmosphäre erfaßt denjenigen flächenzustand des Metalls, der in der Technik ausschlaggebende Rolle spielt. Die Oberfläche des Metalls ist auch dann mit einer gewissen Sauer- oder sogar Oxydschicht bedeckt, wenn sie zuvor einem definierten Reinigungsverfahren behandelt worden ist. Die neue Bedeckung tritt sofort auf und verändert sich bei unedlen Metallen im Laufe der Zeit sehr schnell. Die Reinigungsvorschrift, die hin-

reichend reproduzierbare Werte der Voltaspannung ergab, war folgende: Bei harten Metallen möglichst plane glänzende oder spiegelnde Oberflächen zunächst

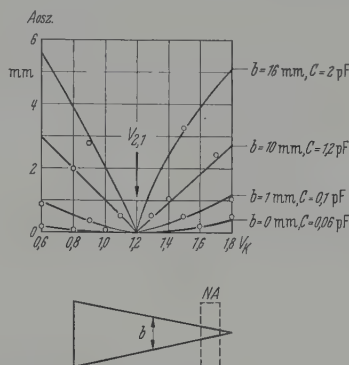


Abb. 4. Die Abhängigkeit der Amplitude der auf dem Schirm des Elektronenstrahlzyllographen beobachteten Kurven von der Kapazität des Voltaspannungskondensators

mit Methylalkohol (p. A.), danach mit Äthyläther (p. A.) mittels reiner Watte oder Zellstoff behandelt; bei weniger harten und bei weichen Metallen nach plan

Tabelle 2. Technische Voltaspannungen einiger Metalle gegen Gold

Temperatur etwa 22° C, relative Luftfeuchtigkeit 20 %

Metall	Technische Voltaspannung $V_{s,1}$ (Volt)	Angaben über Bearbeitung, Form und Reinheit des Metalls	Vakuumwerte von $V_{s,1}$ nach MICHAELSON (Volt)
Ag	— 0,25	reinst, Bandform mit polierter Oberfläche	— 0,30
Al	— 0,90	Blech aus Reinstaluminium, spiegelblank	— 0,84
Au	0	Hauchvergoldung (0,06 $\mu$ ) auf Messing mit Palladiumunterlage, glänzend hellgelb	0
Bi	— 0,32	grobkristalline, glänzende Brocken, untersuchte Flächen abgeschabt	— 0,30
Cd	— 0,68	Stangenform, Oberfläche abgeschabt	— 0,66
Cu	— 0,28	reinst, in Blechform, geschliffen und poliert	— 0,11
Fe	— 0,25	Eisendraht poliert	— 0,22
Hg	— 0,11	Flüssigkeitsoberfläche; Benutzung eines Nutenankers mit horizontal liegender Achse	— 0,06
Mo	— 0,36	Blech mit glänzend geschabter Oberfläche	— 0,31
Ni	+ 0,03 bis — 0,25	schwieriges Metall, reinst, kein eindeutiger Wert zu erhalten, unabhängig davon, ob Draht, Blech oder massiv	+ 0,26
Pb	— 0,60	massiv, reinst, Oberfläche geschliffen, danach glänzend geschabt	0,56
Sn	— 0,50	massiv, reinst, Oberfläche geschliffen	— 0,47
Ta	— 0,55	Blech mit glänzend geschabter Oberfläche	— 0,46
W	— 0,15	hochglanzpoliert, reinst, Analyse ergab Beimischungen von C, Cu, Si, Fe jeweils unter 0,01 %	— 0,08
Zn	— 0,90	reinst, massiv mit geschliffener Oberfläche	— 0,84

abgezogener Oberfläche sofort Reinigung mit Methylalkohol und Äthyläther und danach Abschaben mit einer harten Schneide aus Uhrfederstahl, so daß eine frisch glänzende Oberfläche entsteht. Sollte der

Voltaspannungswert im letzteren Falle von den in der Tabelle 2 angegebenen Werten noch zu stark abweichen, muß noch weiter abgeschabt werden. Die Behandlung mit Methylalkohol dient übrigens vorzugsweise der Beseitigung stärkerer Wasserhäute.

In der letzten Spalte dieser Tabelle wurden die Werte eingetragen, die sich aus den Angaben über die Elektronenaustrittsspannung nach MICHAELSON [7] ergeben und für Hochvakuum gelten sollen. Wenn man vom Nickel, mit dem der Bearbeiter immer nur Schwierigkeiten gehabt hat, absieht, so besteht zwischen den idealen Werten von MICHAELSON und den technischen Voltaspannungen eine erstaunlich gute Übereinstimmung. Diese Übereinstimmung kann keine echte sein. Es kann nach aller unserer bisherigen Kenntnis als sicher gelten, daß wenigstens bei den unedlen Metallen eine monomolekulare oder bimolekulare Sauerstoffbedeckung die Voltaspannungen stark verändert. Wenn hier trotzdem das Experiment eine gewisse Übereinstimmung zwischen Hochvakuumwert und technischem Wert ergibt, dann muß ein besonderer Effekt vorliegen, demzufolge bei etwas dickeren Fremdschichten wieder ein dem idealen Zustand ähnlicherer Voltaspannungswert zustandekommt. Dieser wichtigen Frage ist eine zweite Arbeit gewidmet.

Zu der Messung von Gold gegen Gold ist folgendes zu sagen: Die Güte der Vergoldung des Nutenankers und ihre Konstanz muß öfter überprüft werden. Massives, hochglanzpoliertes Gold als Bezugsstoff steht meist nicht zur Verfügung. Es wurde daher ein Material genommen, welches in Form dünner Messingbleche vorlag und mit einem auf galvanischem Wege hergestellten vorzüglichen Goldüberzug versehen war. Ein solcher Überzug muß hellgelbe, auf Porenfreiheit deutende Farbe haben. Bei Beachtung der Reinigungsvorschriften für dieses Blech und den Nutenanker ergab sich immer die technische Voltaspannung Null.

### Zusammenfassung

Nach einigen grundsätzlichen Ausführungen die Bedeutung der Voltaspannung zur Untersuchung der Oberflächen von Metallen, die mit Fremdschicht insbesondere aus Sauerstoff und Oxyden bedeckt wird ein neuartiges auf der Kondensatormetallfußendes, aber durchentwickeltes Meßgerät zur Bestimmung technischer Voltaspannungen an belagerten Objekten beschrieben. Die Untersuchungsobjekte können kleine Flächen von einigen Quadratmillimetern Größe haben. Die Voltaspannung gegen einen rotierenden Nutenanker mit Goldfläche gemessen. Es wird Wert darauf gelegt, die Voltaspannungen an einer größeren Zahl Objekten schnell hintereinander ermittelt werden können. Für 15 Metalle (Elemente) werden gemessenen technischen Voltaspannungen angegeben.

Die Anregung zur Untersuchung der Frage, die Voltaspannung, deren Messung oft als schwach und unsicher hingestellt wird, zur Prüfung von Oberflächen technisch verwendbar ist, gab Herr Prof. HELLMUTH FISCHER. Den Herren ERNST KAEF und FRITZ ECKHARDT habe ich für die sorgfältige Bauweise des Meßgeräts und für seine Erprobung in zahlreichen Versuchen sehr zu danken. Die Arbeit wurde im Werkstoff-Hauptlaboratorium der Siemens & Halske AG, Berlin-Siemensstadt, ausgeführt.

**Literatur:** [1] VOLTA, A.: Ann. Chim. **40**, 225 (1801). — [2] LORD KELVIN: Phil. Mag. **46**, 82 (1898). — [3] RICHARDSON, O. W.: Phil. Mag. **23**, 263 (1912). — [4] BOURION, J. Phys. Radium **12**, 930 (1951). — [5] MÖHRING, K.: Elektrochem. **59**, 102 (1955). — [6] KOHLRAUSCH, R.: Poggendorfs Ann. **82**, 1 (1851). — [7] MICHAELSON, H. B.: „Report of work functions and methods of determination“. J. Am. Phys. **21**, 536 (1950). — [8] SUHRMANN, R.: Landolt-Börnstein-Tabellen, 6. Aufl., Bd. I/4, S. 759, 1955 (Lit. bis 1950 berücksichtigt). — [9] ZISMAN, W. A.: Rev. Sci. Instr. **3**, 367 (1932). — [10] SCHAAFFS, W.: Phys. Verh. **8**, 114 (1956).

Prof. Dr. phil. WERNER SCHAAFFS  
Berlin-Siemensstadt, Rieppelstr. 2

## Über die Ausbreitung langer elektrischer Wellen in magnetisierten Plasmen und ihren Durchgang durch Plasmaschichten

Von WINFRIED OTTO SCHUMANN

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 5. Juni 1958)

In den Arbeiten [1] und [2] habe ich die Ausbreitung elektrischer Wellen in begrenzten Plasmen diskutiert. Es wurde dort der Einfachheit halber die Dämpfung vernachlässigt. Da aber gerade bei langen Wellen die Stoßdämpfung der Elektronen von sehr erheblichem Einfluß ist, soll diese in folgendem besprochen werden, besonders für den Fall eines äußeren homogenen Magnetfeldes. Verläuft das Magnetfeld  $B$  in  $z$ -Richtung, so ergeben sich die dielektrischen Verschiebungen, siehe z. B. [3], [4] zu

$$\left. \begin{aligned} D_x &= \varepsilon_{xx} E_x + \varepsilon_{xy} E_y & \varepsilon_{xx} &= \varepsilon_{yy} \\ D_y &= \varepsilon_{yx} E_x + \varepsilon_{yy} E_y & \varepsilon_{xy} &= -\varepsilon_{yx} \\ D_z &= \varepsilon_z E_z \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

wobei

$$\left. \begin{aligned} \varepsilon_{xx} &= \varepsilon_0 + \frac{\varepsilon_0 \omega_0^2}{j\omega} \cdot \frac{\nu + j\omega}{\Omega^2 + (\nu + j\omega)^2} \\ \varepsilon_{xy} &= \frac{\varepsilon_0 \omega_0^2}{j\omega} \cdot \frac{\Omega}{\Omega^2 + (\nu + j\omega)^2} \\ \varepsilon_z &= \varepsilon_0 + \frac{\varepsilon_0 \omega_0^2}{j\omega} \cdot \frac{1}{\nu + j\omega} \end{aligned} \right\}$$

In diesen Gleichungen ist  $\varepsilon_0$  die DK des leeren Raums,  $\frac{1}{4\pi \cdot 9 \cdot 10^9} \frac{F}{m}$  und  $\nu$  die mittlere sekundliche Stoßzahl der Elektronen mit den umgebenden Gasatomen,  $\Omega = \frac{e}{m} B$  die Umlauffrequenz der Elektronen im Magnetfeld  $B$ ,  $\omega = 2\pi f$  die aufgeprägte Frequenz.





# 1875

baute Carl von Linde seine erste Kältemaschine und schuf die Voraussetzung für die Verwendung der Künstlichen Kälte in Industrie und Wirtschaft.

# 1895

r. Carl von Linde nach seinem Verfahren flüssige Luft in großen Mengen erzeugen konnte, bestand das Problem darin, das Flüssiggemisch in seine Bestandteile zu zerlegen. Diese Aufgabe wurde im Jahre

Luftverflüssigungsanlage von Carl von Linde aus dem Jahre 1905  
(Original im Deutschen Museum in München)

# 1902

die mehrfache Rektifikation des flüssigen Gasgemisches gelöst, was war bald kein Problem mehr, Sauerstoff und Stickstoff in gewünschter Reinheit zu erzeugen.

Weniger ist die Gewinnung der Edelgase; ihr Anteil an der Zusammensetzung der Luft beträgt: Argon 0,932%, Neon 0,0015%, Helium 0,0005%, Krypton 0,00011%, Xenon 0,000008%.

Die Ingenieure haben die Aufgabe gelöst, Edelgase in höchster Reinheit zu erzeugen und damit erneut bewiesen, daß Linde-Anlagen zur Verlegung von Gasgemischen Spitzenenergieleistungen der Kältetechnik sind.



LINDE-Sauerstoff- und Azetylenwerke im gesamten Bundesgebiet und Berlin beliefern Sie mit:

- SAUERSTOFF
- AZETYLEN
- WASSERSTOFF
- STICKSTOFF
- PRESSLUFT
- ARGON
- SCHWEISSARGON
- EDELGASEN

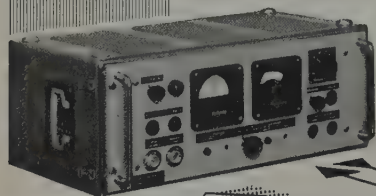


*Linde*  
GESELLSCHAFT FÜR  
LINDE'S EISMASCHINEN  
AKTIENGESELLSCHAFT  
HÖLLRIEGELSKREUTH  
BEI MÜNCHEN

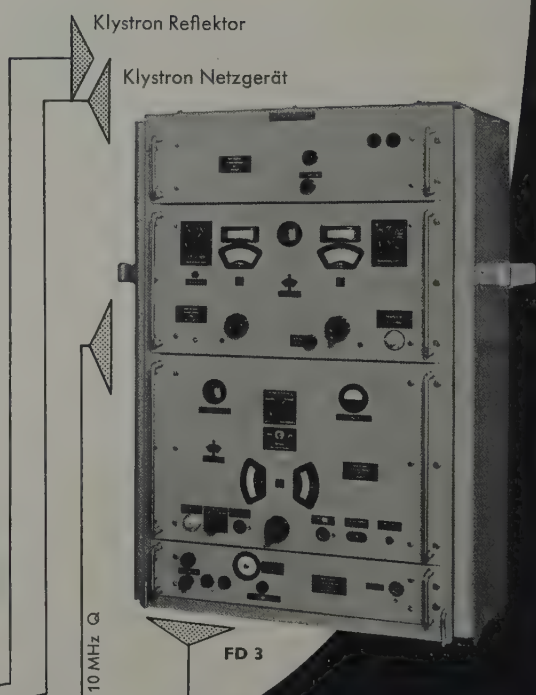
# MIKROWELLENSPEKTROSKOPIE

Die Mikrowellenspektroskopie erfordert zum Aufbau der elektronischen Einrichtung mehr Zeit und Arbeit als die Bearbeitung der Meßaufgabe selbst. Dieser Nachteil kann nur durch den Einsatz modernster Meßmittel behoben werden, wie sie jetzt zur Frequenzsteuerung von Signal- und Überlagerungsschaltern mit einer Absolutgenauigkeit von  $10^{-8}$  und einer Verstimmungsgenauigkeit von  $10^{-9}$  bis in das K-Band zur Verfügung stehen.

Jeder Klystronsender kann mit Hilfe des neu entwickelten Synkriminators Type FDS 3 auf eine vorgegebene Vergleichsfrequenz synchronisiert werden. Die Synchronisierung erfolgt durch Erzeugung einer Regelspannung, die durch wahlweisen Frequenz- oder Phasenvergleich zwischen Klystron und Vergleichsfrequenz im Synkriminator erzeugt und der Reflektorspannung des Klystrons überlagert wird. Eine beliebig einstellbare und trotzdem quatzgenaue Vergleichsfrequenz kann mit der Mikrowellenfrequenzdekade Type FD 3 erzeugt werden. Geeignete Mischköpfe bis 12000 MHz stehen zur Verfügung, Mischköpfe bis 30000 MHz sind in Vorbereitung.



**Synkriminator  
FDS 3**



Klystron Reflektor

Klystron Netzgerät

FD 3

10 MHz Q

**Mischkopf**  
Klystron Frequenz

10 MHz



**SCHOMANDL**



l  $\omega_0^2 = N e^2 / \epsilon_0 m$  die Resonanzfrequenz des Plasmas;  $N$  als Elektronenzahl je  $m^3$ .  
Ist  $\nu \ll \omega$  so gehen diese Formeln über in die bekannten für ungedämpftes bzw. schwach gedämpftes Plasma [4]. Ist hingegen  $\nu \gg \omega$ , so entsteht

$$\left. \begin{aligned} \epsilon_{xx} &= \epsilon_0 + \frac{\epsilon_0 \omega_0^2}{j\omega} \cdot \frac{\nu}{\Omega^2 + \nu^2} \\ \epsilon_{xy} &= \frac{\epsilon_0 \omega_0^2}{j\omega} \cdot \frac{\Omega}{\Omega^2 + \nu^2} \\ \epsilon_z &= \epsilon_0 \left( 1 - \frac{\omega_0^2}{\nu^2} + \frac{\omega_0^2}{j\omega \nu} \right) \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

das ionosphärische Plasma mit  $\nu \approx 10^6 \text{ sec}^{-1}$  an unteren Grenze ist schon von einer aufgeprägten Frequenz von  $\sim 1 \text{ MH}$  aufwärts überall  $\omega \gg \nu$ , während Frequenzen von  $\sim 10 \text{ kH}$  abwärts  $\nu \gg \omega$  ist, wenigstens in der  $D$  und  $E$  Schicht. Für ein Gasentladungssplasma von  $\sim 5 \cdot 10^{-3}$  Torr und kleinen Strömen ist  $\nu \approx 10^8 \text{ sec}^{-1}$ , so daß erst bei Frequenzen von  $100 \text{ MH}$ wärts  $\nu \ll \omega$  ist, dagegen bei  $1 \text{ MH}$  schon  $\nu \gg \omega$  ist. In den meisten Fällen sind für  $\nu \gg \omega$  die reellen Teile von  $\epsilon_{xx}$  und  $\epsilon_z$  zu vernachlässigen, wenn  $\Omega$  nicht extrem groß wird. Es hängt dies mit den großen Werten von  $\omega_0$  zusammen. Es muß dafür  $\omega_0^2 / \omega^2 \gg \nu / \omega$  sein, und  $\Omega^2 / \omega_0^2 \ll \nu / \omega$ . Dann ist das Plasma nur durch „Leitwerte“ charakterisiert und es ist  $\epsilon_{xz} / \epsilon_{xy} = \nu / \Omega$ . Während in der Ionosphäre  $f_0$  bis auf  $\sim 10^7 \text{ H}$  geht, liegt es bei Entladungsplasmen auf mehr als  $10^9 \text{ H}$ , was etwa  $N \approx 10^{10} \text{ El./cm}^3$  entspricht.

Der Einfluß des Magnetfeldes hängt ebenfalls von  $\nu$  ab. Setzen wir z. B.  $B = 0,6 \text{ GB}$ , und  $\Omega \approx 10^7 \text{ H}$ , ist für das ionosphärische Plasma ein solches Feld noch stark ( $\Omega \gg \nu$ ) und beeinflusst die Erscheinungen nur wenig, während für das Gasentladungssplasma  $B \approx 60 \text{ GB}$  nötig wären, um den gleichen Effekt zu erzielen (s. hierzu auch [8]).

#### Ausbreitung ebener Wellen quer zum Magnetfeld (senkrecht zur $z$ -Richtung)

Von den beiden möglichen Wellentypen dieses Feldes wird der, dessen elektrisches Feld in  $z$ -Richtung steht, vom Magnetfeld überhaupt nicht beeinflusst. Die andere DK ist  $\epsilon_z$ . Der andere Typ, dessen elektrisches Feld senkrecht zu  $z$  liegt, wird vom Magnetfeld beeinflusst und die wirksame DK für diese Welle ist [4]

$$\epsilon_q = \epsilon_{xx} \left( 1 + \frac{\epsilon_{xy}^2}{\epsilon_{xx}^2} \right). \quad (4)$$

Setzt man die Werte aus Gl. (3) ein und vernachlässigt  $\epsilon_0$  in  $\epsilon_{xx}$ , so entsteht

$$n_q^2 \cdot \epsilon_0 = \epsilon_q = -j \frac{\epsilon_0 \omega_0^2}{\omega \nu} \quad (5)$$

unabhängig davon, ob  $\Omega \geq \nu$  ist, d. h.  $\epsilon_z$  nach Gl. (3), kann man darin  $\epsilon_0 \left( 1 - \frac{\omega_0^2}{\nu^2} \right)$  vernachlässigen. Dies ist leicht verständlich, da auch schon ohne Stoßdämpfung,  $\epsilon_0$  für  $\omega^2 \ll \omega_0^2$ , und  $\Omega^2$  nicht wesentlich größer als  $\omega_0^2$ , ist.

DK  $\epsilon_q = \epsilon_0 \left[ 1 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2} \cdot \frac{\omega_0^2 - \omega^2}{\Omega^2 + \omega_0^2 - \omega^2} \right]$  schon negativ ist, so daß ohne Dämpfung überhaupt keine Ausbreitung stattfindet. Wenn die DK negativ ist, so ergibt sich mit Dämpfung bei kleinem Leitwert  $\nu$  eine Ausbreitung mit großen Wellenlängen und sehr großer Phasengeschwindigkeit, und bei großem Leitwert die be-

kannte Ausbreitung wie in Metallen mit hohem Leitwert, wobei aber auch schon bei kleinem Leitwert die Wellen infolge der negativen DK stark gedämpft sein können. Das Plasma erhält sich also wie ein Leiter vom Leitwert  $\kappa_q = j\omega \epsilon_q = \epsilon_0 \frac{\omega_0^2}{\nu}$ , der für ein Entladungssplasma, wie oben, etwa den Betrag von  $\sim 4 \text{ S/m}$  hat, während der Leitwert in der Ionosphäre sehr viel kleiner ist.

#### II. Ausbreitung ebener Wellen längs des Magnetfeldes (in $z$ -Richtung)

Jetzt ist die wirksame DK der beiden möglichen Wellen durch [4]  $\epsilon_{l1,2} = \epsilon_{xx} \pm \epsilon_{xy}$ ,  $\epsilon_{zy} = -j \epsilon_{xy}$ , gegeben, woraus nach den Gl. (2)

$$\epsilon_{l1,2} = \epsilon_0 \left[ 1 - \frac{\omega_0^2}{\omega} \frac{1}{(\omega \pm \Omega) - j\nu} \right] \quad (6)$$

folgt. Nach den Gl. (3), wieder mit Vernachlässigung von  $\epsilon_0$  in  $\epsilon_{xx}$  ergibt sich

$$n_l^2 = \frac{\epsilon_{l1,2}}{\epsilon_0} = \frac{\omega_0^2}{\omega} \frac{1}{\mp \Omega + j\nu}. \quad (7)$$

Ist  $\Omega \ll \nu$ , so geht auch diese DK in  $\epsilon_z$  über. Beide Wellen fallen zusammen und das Plasma wirkt wie ein Ohmscher Leitwert. Ist dagegen  $\Omega \gg \nu$ , so verhält sich das Plasma wie ein Dielektrikum und für die eine Welle mit einer positiven DK, für die andere Welle hingegen mit einer negativen DK, wobei diese DK-Werte bei kleinen Frequenzen sehr groß werden können. Die negative DK läßt erwarten, daß längs eines von Luft umgebenen Plasmastrahles dieser Art elektrische Wellen von der Frequenz 0 an bis zu einer bestimmten oberen Frequenz sich ausbreiten können, s. [5] und [2].

Vergleicht man die obigen Werte von  $\epsilon_{l1,2}$  mit den Werten des idealen Plasmas mit  $\nu = 0$ , so gilt dort [4], S. 98 für den Brechungsindex

$$n_l^2 = \frac{\epsilon_{l1,2}}{\epsilon_0} = 1 - \frac{\omega_0^2}{(\omega \pm \Omega)\omega}.$$

Für  $\omega \ll \Omega$  wird

$$n_l^2 = \frac{\epsilon_{l1,2}}{\epsilon_0} \approx \frac{\omega_0^2}{\omega} \frac{1}{\mp \Omega}.$$

Hier ergibt sich im Gegensatz zu I auch ohne Dämpfung für die extraordinary Welle eine dielektrische Ausbreitung, so daß die Dämpfung nur die Ausbreitung modifiziert. Man erhält also im idealen Fall ( $\nu = 0$ ) für  $\omega \ll \Omega$  die gleichen Werte wie in unserer Näherung für  $\omega \ll \nu$ , wenn  $\Omega \gg \nu$  ist, kann also die Resultate von [1] und [2] unter diesen Bedingungen auch für das Plasma mit Verlusten verwenden. Aus Gl. (7) folgen für die ebene Welle die Ausbreitungskonstanten

$$\beta_{1,2}^2 = \frac{\omega^2}{c^2} n_l^2 = \frac{\omega_0^2}{c^2} \frac{\omega}{\mp \Omega + j\nu}.$$

Daraus folgt, für  $\Omega \gg \nu$ , daß, wie bekannt, die „ordinäre“ Welle im ebenen Fall keine Ausbreitungsmöglichkeit hat, sondern eine stehende gedämpfte Welle ist, während die „extraordinäre“ Welle sich schwach gedämpft ausbreitet mit der Phasengeschwindigkeit  $v_p = \frac{c}{n_l} = \frac{c}{\omega_0} \sqrt{\omega \Omega}$ , der Wellenlänge  $\lambda = 2\pi \frac{c}{\omega_0} \sqrt{\frac{\Omega}{\omega}}$  und der Gruppengeschwindigkeit  $v_g = \frac{1}{2} v_p$ .

Die Wellenwiderstände beider Wellen sind

$$W = \frac{1}{n_l} \cdot W_0, \quad W_{1,2} = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \cdot \frac{1}{\omega_0} \sqrt{\omega(\mp \Omega + j\nu)}.$$

Für kleine Frequenzen ist  $W_2 \ll W_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}}$  also der Wellenwiderstand  $W_2$  sehr klein gegen den der Luft. Die elektrischen Felder sind also auch sehr klein gegen die magnetischen. Es ist dies derselbe Wellentyp, den auch STOREY [11] für die Whistler-Ausbreitung vorschlägt.

### III. Elektronenbewegungen bei langen Wellen

Eine Ergänzung zum Vorhergehenden gibt der Verlauf der Elektronenbewegung.

Nimmt man ein konstantes  $B$ -Feld in  $z$ -Richtung an, so ist die periodische Elektronengeschwindigkeit in der dazu senkrechten  $xy$ -Ebene mit  $E = E_0 \cos \omega t$ , ebenfalls in der  $xy$ -Ebene, [4], S. 93

$$v = E_0 \frac{e}{m} \frac{1}{(\nu + j\Omega)^2 + \omega^2} [(\nu + j\Omega) \cos \omega t + \omega \sin \omega t].$$

Schwingt  $E$  in  $x$ -Richtung, so bedeutet der imaginäre Teil eine Schwingung in der dazu senkrechten  $y$ -Richtung. Setzt man  $\omega \ll \nu$  voraus, so wird

$$v \approx E_0 \frac{e}{m} \frac{1}{\nu + j\Omega} \cos \omega t$$

was auch in der Grenze für  $\omega \rightarrow 0$ , statischer Zustand, gilt. Ist  $\Omega \ll \nu$ , so wird  $|v_y| \ll |v_x|$  und es entsteht  $v_x = E_0 \frac{e}{m} \frac{1}{\nu} \cos \omega t$ , eine Geschwindigkeit in Feldrichtung mit der „Beweglichkeit“  $b = \frac{e}{m\nu}$ . Ist hingegen  $\Omega \gg \nu$ , d.h. auch  $\Omega \gg \omega$ , so entsteht

$$v = -j E_0 \frac{e}{m} \frac{1}{\Omega} \cos \omega t + E_0 \frac{e}{m} \frac{\nu}{\Omega^2} \cos \omega t.$$

Die Geschwindigkeit in Feldrichtung,  $v_x$  ist sehr gering und proportional  $\nu$ . Dagegen ist die Geschwindigkeit senkrecht zur Feldrichtung,  $v_y$ , viel größer als jene und wird

$$v_y = -j \frac{E_0}{B} \cos \omega t.$$

Sie hat die Größe  $\frac{E_0 \cos \omega t}{B}$  senkrecht zum elektrischen und zum magnetischen Feld, wie sie auch im Vakuum bei statischen  $E$ - und  $B$ -Feldern bei  $\omega = 0$  auftritt und ist unabhängig von Ladung und Masse der Teilchen. Der Einfluß der Dämpfung ist verschwunden. Dasselbe erhält man auch ohne Dämpfung ( $\nu = 0$ ), wenn  $\Omega \gg \omega$  ist. Begründet ist dies dadurch, daß in unserem Fall wegen  $\omega \ll \nu$  die Beschleunigungskräfte gegenüber den Reibungskräften verschwinden, und daß wegen  $\Omega \gg \nu$  diese Reibungskräfte verglichen mit den magnetischen Kräften bei gleichen Geschwindigkeiten in beiden Kräften ganz unwesentlich sind. Aus den Bewegungsgleichungen in  $x$ - und  $y$ -Richtung

$$m\nu v_x + m \frac{dv_x}{dt} = cE_x + v_y B_z e,$$

$$m\nu v_y + m \frac{dv_y}{dt} = -v_x B_z e$$

folgt dann, daß  $v_x \ll v_y$  wird und daß daraus folgend die elektrischen und magnetischen Kräfte in  $x$ -Richtung sich nahezu kompensieren müssen, woraus dann  $v_y = -E_x/B$  folgt. Aus den Werten von  $v_x$  und  $v_y$  folgen dann auch  $\epsilon_{xx}$  und  $\epsilon_{xy}$  mit  $|\epsilon_{xx}/\epsilon_{xy}| = |v_x/v_y|$ . Nimmt man an, daß für die Ionen die gleichen Bewegungsgesetze gelten, so würde ein Ion genau die gleichen Geschwindigkeiten  $v_y$  haben und es würde durch die genau gleichartige Pulsation positiver und negativer Ladungen gleicher Dichte kein resultierender Strom im DK entstehen, d.h. das Plasma wäre für eine solche Welle praktisch nicht vorhanden und hätte die DK  $\epsilon_p/\epsilon_0 = 1$ . Es würde lediglich schwach dämpfend wirken. Leider ist das in der Ionosphäre wenigstens für die tieferen Schichten nicht der Fall, da z.B. für  $O^+$ -Ionen wäre  $\Omega_J \approx 300 \text{ sec}^{-1}$  für  $\frac{1}{2} \text{ GB}$ , also die Stoßzahl der Ionen wäre in der  $D$ - und  $E$ -Schicht  $\sim 3 \cdot 10^3$  bis  $3 \cdot 10^4 \text{ sec}^{-1}$ , d.h. viel größer als  $\Omega_J$ , so daß die Ionen praktisch in Feldrichtung mit sehr kleineren Amplituden schwingen würden, also Elektronenbewegungen nicht kompensieren könnten, und auf die Ausbreitung der Wellen so gut wie kein Einfluß hätten. Nur in den hohen  $F$ -Schichten, wo sehr kleinem  $\nu$  erschiene das möglich, die eventuell in der Nacht, wenn keine  $D$ - und  $E$ -Schichten da sind, die Wellen äußerst geringer Frequenz durchdringen werden könnten. Bei Tage würden  $D$ - und  $E$ -Schichten noch eine besonders zu durchdringende Schicht darstellen, die nach dem vorigen stark dämpfend und reflektierend wirken müßte. Dann würden z.B. Luftraum erzeugte Wellen mit  $\omega \ll \Omega_J$  wohl bei Tage reflektiert werden, aber in der Nacht die Ionosphäre mehr oder weniger frei durchdringen können, vielleicht mit ein Grund dafür sein könnte, daß durch Blitze erzeugte Frequenz von 9 H bei Nacht so sehr viel schwächer ist als bei Tage [12]. Dagegen würde aber auch nur für diese geringen Frequenzen  $\omega \ll \Omega_J$  gelten<sup>1</sup>.

### IV. Übertritt langer Wellen von Luft in Plasma

Nachdem wir in Abschn. II gesehen haben, daß bei den geringen Frequenzen im allgemeinen nur eine Ausbreitung in der Richtung des Magnetfeldes möglich ist (von der Mitwirkung der positiven Ionen, die in Abschn. III besprochen wurden, sehen wir weiter ab), erhebt sich noch die Frage, nach dem Übertritt solcher Wellen von der Luft ins Plasma, wobei wir die Einfachheit halber senkrechten Einfall der Wellen auf die Trennfläche annehmen. Bei der Ausbreitung in der Richtung des Magnetfeldes ( $z$ -Richtung) sind die beiden möglichen Wellentypen gegeben durch [4] S. 98

$$H_y = H_1 e^{-j\beta_1 z} + H_2 e^{-j\beta_2 z},$$

$$H_x = j H_1 e^{-j\beta_1 z} - j H_2 e^{-j\beta_2 z},$$

$$E_y = -j W_1 H_1 e^{-j\beta_1 z} + j W_2 H_2 e^{-j\beta_2 z},$$

$$E_x = W_1 H_1 e^{-j\beta_1 z} + W_2 H_2 e^{-j\beta_2 z}$$

$$W_1 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_{xx} + \epsilon'_{xy}}}, \quad W_2 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_{xx} - \epsilon'_{xy}}}.$$

<sup>1</sup> Wie mir Herr D.-H. POEVERLEIN mitteilt, ist er ebenfalls auf diese Möglichkeit der Durchdringung der Ionosphäre gekommen, siehe eine demnächst erscheinende Arbeit in Journal of Atm. and Terr. Physics.



### Durchgang durch eine einfache Grenze (Abb. 1)

Kommt in der Luft eine linear polarisierte  $E_{x_0}, H_{y_0}$  an, so sind die Amplituden der im Plasma verlaufenden Wellen

$$H_1 = H_{y_0} \frac{W_0}{W_1 + W_0}, \quad H_2 = H_{y_0} \frac{W_0}{W_2 + W_0}$$

für die zugehörigen  $E_y$  und  $E_x$  noch mit  $W_1$  und  $W_2$  zu multiplizieren ist. Es gibt auch zwei reflektierte Wellen ( $H_{y_r}, E_{x_r}$ ) und ( $H_{x_r}, E_{y_r}$ ) wobei

$$H_{x_r} = j H_{y_0} W_0 \frac{W_2 - W_1}{(W_1 + W_0)(W_2 + W_0)},$$

$$H_{y_r} = H_{y_0} \frac{W_0^2 - W_1 W_2}{(W_1 + W_0)(W_2 + W_0)}.$$

Die durchgehende, als auch die reflektierte Welle ist elliptisch polarisiert, wobei die Polarisationsrichtung im Plasma beim Weiterlauf entsprechend dem Faraday-Effekt sich dreht. Ohne Verluste ist für diese Wellen

$$\epsilon_{l_{1,2}} = \epsilon_{xx} \pm \epsilon'_{xy} = \epsilon_0 \left[ 1 - \frac{\omega_p^2}{(\omega \pm \Omega)\omega} \right].$$

Nach der verwendeten Frequenz hat  $\epsilon_{l_{1,2}}$  Null- und Polstellen [4], S. 100, wo entweder  $W_1$  oder  $W_2$  gegen  $\infty$  bzw. gegen Null gehen. Wenn ein  $W$  gegen Null oder zu Null wird und das andere endlich bleibt, tritt nur eine zirkularpolarisierte Welle in das Plasma ein, z. B. für  $\omega = \Omega$ . Im Falle des Abschn. II bei kleinen Frequenzen,  $\omega \ll \Omega$ , werden beide,  $W_1$  und  $W_2$ , bei genügendem  $\omega_0$  sehr klein gegen  $W_0$  und man erhält nahezu vollständige Reflexion. Im Plasma treten in diesem Falle die elektrischen Felder äußerst schwach gegen die magnetischen.

### Durchgang durch eine endliche Schicht (Abb. 2)

Kommt auch hier eine linearpolarisierte ( $E_{x_0}, H_{y_0}$ ) Welle an, so gilt für die austretenden Wellen  $H_{x_d}, H_{y_d}$

$$\begin{aligned} H_{x_d} \cdot e^{-j\beta_0 \delta} &= H_{y_0} \left\{ \frac{1}{2 \cos \beta_1 \delta + j \left( \frac{W_0}{W_1} + \frac{W_1}{W_0} \right) \sin \beta_1 \delta} + \frac{1}{2 \cos \beta_2 \delta + j \left( \frac{W_0}{W_2} + \frac{W_2}{W_0} \right) \sin \beta_2 \delta} \right\}, \\ H_{y_d} \cdot e^{-j\beta_0 \delta} &= H_{y_0} \left\{ \frac{1}{2 \cos \beta_1 \delta + j \left( \frac{W_0}{W_1} + \frac{W_1}{W_0} \right) \sin \beta_1 \delta} - \frac{1}{2 \cos \beta_2 \delta + j \left( \frac{W_0}{W_2} + \frac{W_2}{W_0} \right) \sin \beta_2 \delta} \right\}, \end{aligned} \quad (8)$$

$$n_{l_{1,2}} = \frac{\omega}{c} n_{l_{1,2}}, \quad W_{1,2} = \frac{W_0}{n_{l_{1,2}}}, \quad n_{l_{1,2}}^2 = \frac{\epsilon_{l_{1,2}}}{\epsilon_0}.$$

Bei magnetischer Kopplung,  $B=0$ ,  $\epsilon_{xy}=0$  wird  $W_1=W_2$  und  $\beta_1=\beta_2$  und  $\frac{H_{y_d} \cdot e^{-j\beta_0 \delta}}{H_{y_0}} = d$  geht über in die übliche Gleichung

$$d = \frac{1}{\cos \beta \delta + j \frac{1}{2} \left( \frac{W_0}{W} + \frac{W}{W_0} \right) \sin \beta \delta}.$$

Es wird dann zu Null s. auch [6].

Im allgemeinen Fall ist die austretende Welle elliptisch polarisiert. Im ungedämpften Fall,  $\nu=0$  wird für  $\omega=\Omega$ ,  $\epsilon_{l_2} \rightarrow \infty$ ,  $\beta_2 \rightarrow \infty$ ,  $W_2 \rightarrow 0$ . Dann wird  $H_{y_d} = -j H_{x_d}$ . Die austretende Welle ist, wie bekannt, in diesem Fall zirkular polarisiert [7]. Geht hingegen  $W \rightarrow \infty$ ,  $\epsilon_{l_1} \rightarrow 0$ , so geht  $\beta \rightarrow 0$ , und es wird der entsprechende Term

$$2 + j \frac{1}{\frac{\delta}{\lambda_0} \cdot 2\pi},$$

wenn  $\lambda_0$  die Vakuumwellenlänge der Frequenz  $\omega$  bedeutet, bei der  $n \rightarrow 0$  geht. Je nach dem, ob die Schichtdicke groß oder klein gegen diese Wellenlänge

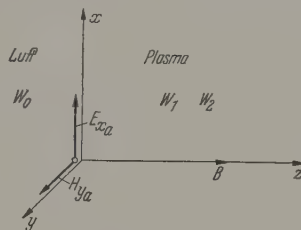


Abb. 1. Wellendurchgang durch eine Grenze

ist, liegt dieser Term zwischen  $\frac{1}{2}$  und 0, trägt also viel oder wenig zur durchgehenden Feldstärke bei (s. auch [6]). Schließlich zeigt sich der Einfluß der

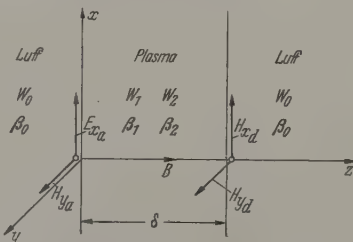


Abb. 2. Wellendurchgang durch eine endliche Schicht

Schichtdicke in den Gliedern  $\cos \beta \delta$  und  $\sin \beta \delta$ . Ist  $\beta \delta = g \cdot \pi$  so verschwindet der Einfluß der Wellenwiderstände und der betreffende Term hat den Wert  $\pm \frac{1}{2}$ . Dies verlangt

$$\delta = \frac{g \pi}{\beta} = g \cdot \frac{\lambda}{2},$$

wo  $\lambda$  die Wellenlänge der betreffenden Frequenz im Plasma ist. Die Dicke muß eine ganze Zahl halber Wellenlänge umfassen. Bei größeren Dicken, wo  $g$  eine große Zahl ist, wird jede kleinste Dickenschwankung diese Interferenzwirkung zerstören, die auch nur ohne Dämpfung vollkommen auftritt, und mit wachsender Dämpfung klein wird und verschwindet.

Schließlich werden bei kleinen Frequenzen  $\omega \ll \Omega$  nach Abschn. II beide  $W$  (bei genügend großem  $\omega_0$  und nicht zu großem  $\Omega$ ) sehr klein und einer davon, für die ordinäre Welle, imaginär. Die beiden  $\beta$  gehen gegen Unendlich. Dann werden beide Terme der obigen Gl. (8) sehr klein und es geht so gut wie nichts durch die Schicht hindurch. Damit in diesem Gebiet  $n_2^2 = 1$  wird, muß  $\Omega = \omega_0^2/\omega$  sein. Das erfordert für das ionosphärische Plasma mit  $\omega_{0\max} = 2\pi \cdot 10^7$  H und für

$\omega = 2\pi \cdot 10^4$  H ein  $\Omega$  von  $2\pi \cdot 10^{10}$  H, d.h. ein Magnetfeld von  $\sim 3500$  Gß und bei kleinen Frequenzen noch viel mehr, d.h. in allen Fällen ist im ionosphärischen Plasma bei Frequenzen unter 10 kHz  $n_i^2$  äußerst groß gegen 1, auch noch in der  $E$ -Schicht. Bei einem Entladungspasma mit noch viel größerem  $\omega_0$  brauchte man dazu Magnetfelder von 10000facher Größe und mehr.

### c) Durchgang durch eine Schicht mit veränderlicher DK

Nachdem sich zeigt, daß wegen des großen  $\omega_0$  bei mäßigem  $\Omega$  langsame Wellen nach Abschn. IV a und b an unstetigen Schichtgrenzen fast vollkommen reflektiert werden, soll auch der Fall von Schichten deren Elektronendichte stetig verläuft kurz betrachtet werden. Wir betrachten nur den Fall der extraordinären Welle, die ein Medium durchläuft bei dem  $n_L$  von 1 bis auf sehr hohe Werte ansteigt und dann allmählich wieder auf 1 absinkt.

Der Durchgang elektromagnetischer Wellen durch eine Schicht mit veränderlicher Elektronendichte läßt

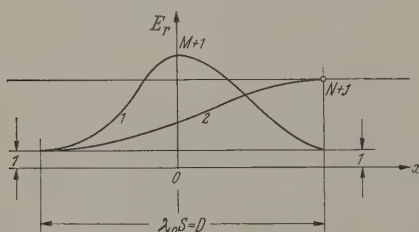


Abb. 3. Kurve 1: Symmetrische Epstein-Schicht, Kurve 2: monotoner Übergang

sich auch für den Fall einer allmählich auf sehr hohe positive Werte von  $\epsilon_i/\epsilon_0$  ansteigenden und dann wieder auf  $\epsilon_i = \epsilon_0$  abfallenden DK nach der bekannten Arbeit von K. RAWER [9] berechnen. Während RAWER auf einer Methode von EPSTEIN [10] aufbauend, den Fall abnehmender DK innerhalb der Schicht behandelt, ist es durch Einführung negativer Werte der Konstanten  $M$  und  $N$  [in Gl. (3), (4) der Rawerschen Arbeit] möglich, einen Verlauf der DK von der Form

$$\frac{\epsilon_i}{\epsilon_0} = \epsilon_r = 1 + N \frac{e^{ix}}{1 + e^{ix}} + M \frac{4e^{ix}}{(1 + e^{ix})^2}$$

zu erhalten. Der Fall  $M=0$  beschreibt den allmählichen Anstieg der DK vom Werte 1 bei genügend negativen Werten von  $x$  bis auf  $1+N$  für genügend große positive Werte von  $x$  (monotoner Übergang). Der Fall  $N=0$  beschreibt die symmetrische Schicht, bei der  $\epsilon_r$  vom Werte 1 bei großen positiven und negativen  $x$  auf den Wert  $\epsilon_{r\max} = 1 + M$  bei  $x=0$  ansteigt, Abb. 3. Dabei ist die „relative Schichtdicke“  $S = 2 \frac{k}{\kappa} \left( k = \frac{\omega}{c} = \frac{2\pi}{\lambda_0} \right)$  und  $\lambda_0 S$  entspricht der „gesamten Schichtdicke“  $D$ .

#### 1. Symmetrische Schicht

In diesem Fall ergibt sich der Reflexionsfaktor für eine senkrecht auf die Schicht auftreffende Welle ohne Dämpfung zu

$$RR^* = \frac{\cos^2 \pi d_2}{\cos^2 \pi d_2 + \sinh^2 \pi S}$$

und der Durchlässigkeitsfaktor wird

$$FF^* = \frac{\sinh^2 \pi S}{\cos^2 \pi d_2 + \sinh^2 \pi S}$$

$$d_2 = \frac{1}{2} \sqrt{1 + 4N^2 \epsilon_{r\max}}$$

wobei  $M = \epsilon_{r\max} - 1 \approx \epsilon_{r\max}$  ist. Mit steigender Ionisierung nimmt die Durchlässigkeit ab und es wird  $FF^*$  proportional  $e^{-S^2}$  (s. die Rawersche Arbeit, S. 10) es sein muß. Da  $\cos \pi d_2$  zwischen  $+1$  und  $-1$  liegt, ist die Reflexion gering, wenn  $\sinh^2 \pi S \gg 1$ . Begnügt man sich mit  $\sinh \varrho = 2$ ,  $\varrho = 1,44$ , so dann mit  $RR^*$  höchstens  $\frac{1}{5}$ ,  $\pi \frac{D}{\lambda_0} \approx 1,44$ ,  $D$  sein. Setzt man für die Ionosphäre  $D \approx 800$  km, so muß  $\lambda_0$  kleiner sein als 1600 km, was einer Frequenz von  $\approx 190$  H entspricht. Größere Frequenzen von 190 H herab dürften also die Schicht bei geringer Dämpfung in erheblichem Maße durchsetzen. Das ist für 10 H,  $\lambda_0 = 30000$  km, also viel zu groß. Es ist also, abgesehen von dem unwahrscheinlichen  $\pi d_2 = (2g+1) \frac{\pi}{2}$  bei der Schichtdicke

$$D = \frac{\lambda_0}{2 \sqrt{\epsilon_{r\max}}} \sqrt{(2g+1)^2 - 1}$$

bei 10 H nur ein sehr geringer Prozentsatz an Energie durch die Schicht nach außen abgehen, wenn von der erwähnten Ioneneinwirkung abgesehen. Es ist  $\lambda_0 \gg 2D$  sein, falls nur wenig reflektiert werden soll, wobei dann der Wert von  $\epsilon_{r\max}$  keinen Einfluß

#### 2. Monotone Übergangsschicht

Hier ergibt sich ohne Dämpfung

$$RR^* = \frac{\sinh^2 \left[ \frac{\pi S}{2} (1 - \sqrt{\epsilon_{r\max}}) \right]}{\sinh^2 \left[ \frac{\pi S}{2} (1 + \sqrt{\epsilon_{r\max}}) \right]}$$

Sind die Argumente der sinh Funktionen gegen 1, wobei

$$\sqrt{\epsilon_{r\max}} \gg 1,$$

also

$$\frac{D}{\lambda_0} \gg \frac{2}{\pi \sqrt{\epsilon_{r\max}}}$$

angenommen ist, so entsteht

$$|R| = e^{-\pi S} = e^{-\pi \frac{D}{\lambda_0}}$$

Es muß also die Dicke der Übergangsschicht annähernd gleich oder größer als die Vakuumwellenlänge sein, damit die Reflexion klein wird und unabhängig von der Größe von  $\epsilon_{r\max}$ .

Sind dagegen die Argumente der sinh-Funktion sehr klein,  $S \rightarrow 0$ , so wird  $|R| = \frac{1 - \sqrt{\epsilon_{r\max}}}{1 + \sqrt{\epsilon_{r\max}}}$ , d.h. ergibt sich die übliche Reflexionsbedingung bei stetigem Übergang.

#### 3. Schichten anderer Verteilung

Falls die Schicht nach Abb. 3 verläuft, sollte bis  $\approx 800$  km Dicke für Frequenzen  $> \approx 200$  H durchlässig sein, für kleinere Frequenzen dagegen nicht. Man fragt sich aber, ob der Verlauf der Elektronendichte in der Ionosphäre diesem Bild entspricht, sondern man nicht ein mehr stufenweises Ansteigen der DK hat, zuerst in der  $D$ - und  $E$ -Schicht und schließlich bei der  $F$ -Schicht. Sollte das der Fall sein, so es besser, jeweils die Formel für die monotone Übergangsschicht bei jedem Anstieg zu benutzen. Nimman z.B. für die  $F$ -Schicht einen Anstieg auf 100 km Länge bis zum Maximum an, so würde etwa  $\lambda \leq 100$  km als Durchlässigkeitsbedingung gelten, mit einer



von  $f \approx 3$  kHz. Bei der  $E$ -Schicht hätten wir einen viel rascheren Anstieg in  $\sim 10$  km, was eine Frequenz von mindestens 30 kHz zum Durchtritt ermöglichte. Die größte DK würde hier mit  $\epsilon_{\text{rmax}} = \frac{\omega_{\text{pm}}^2}{\Omega \omega}$   $\omega_{\text{pmax}} \approx 2\pi \cdot 3,5 \cdot 10^6$  und  $\Omega \approx 10^7$  H bei  $\omega = 2\pi \cdot 3 \cdot 10^4$  sein, d.h. bei 30 kHz immer noch groß sein. Die  $E$ -Schicht wäre darnach für kleinere Frequenzen ein viel größeres Hemmnis, als die  $F$ -Schicht.

### Zusammenfassung

Es wird die Ausbreitung elektromagnetischer Wellen in gedämpften Plasmen bei „kleinen“ Frequenzen,  $\omega \ll \nu$  ( $\nu$  Stoßzahl) diskutiert. Ohne Magnetfeld bei Ausbreitung quer zum Magnetfeld verhält das Plasma wie ein Leiter. Bei Ausbreitung längs des Magnetfeldes verhält sich für  $\Omega \ll \nu$  das Plasma wie ein Leiter. Dagegen treten für  $\Omega \gg \nu$ , d.h.  $\Omega$  die beiden bekannten Wellenarten auf, von denen die ordinäre eine negative DK und die extraordinäre eine positive DK und nur geringe Dämpfung besitzt. Beide DK werden bei kleinen Frequenzen hoch. Die Elektronenbewegung quer zum Magnetfeld verläuft in diesem Fall wie im Vakuum in elektrischen Feldern. Gilt  $\Omega_j \gg \nu_j$  auch für die Ionen, schwingen Elektronen und Ionen synchron mit

gleicher Amplitude in der gleichen Richtung und das Plasma hat für Frequenzen  $\omega \ll \Omega_j$  die wirksame DK 1, wie das Vakuum. Wellen mit  $\omega \ll \Omega_e$  (aber nicht mit  $\omega \ll \Omega_j$ ) längs eines Magnetfeldes werden bei kleinen Frequenzen an un stetigen Übergängen Luft-Plasma wegen der sehr hohen DK des Plasmas fast vollständig reflektiert. Bei allmählichem Übergang können sie bei geringer Dämpfung fast reflexionsfrei hindurchgehen, wenn die Wellenlänge gleich oder kleiner als die Schichtdicke oder der Anstieg der Schicht bis zum Maximum ist.

**Literatur:** [1] SCHUMANN, W.O.: Z. angew. Phys. 8, 482 (1956). — [2] SCHUMANN, W.O.: Z. angew. Phys. 10, 26 (1958). — [3] SCHUMANN, W.O.: Z. angew. Phys. 7, 284 (1955). — [4] SCHUMANN, W.O.: Elektrische Wellen, S. 93. München: C. Hanser 1948. — [5] SCHUMANN, W.O.: Sitzungsber. bayer. Akad. Wiss. 1948, 257. — [6] SCHUMANN, W.O.: Arch. elektr. Übertragung 4, 173 (1950). — [7] GOLDSTEIN, L.: Adv. Electronics and Electronphysics 7, 487 (1955). — IRE Transactions, Vol. MTT-6, Jan. 1958, S. 19. — [8] ALFVÉN, H.: Cosmical Electrodynamics, S. 41. Oxford: Clarendon Press 1950. — [9] RAWER, K.: Ann. d. Physik 5, 385 (1939); 5, 294 (1942). — [10] EPSTEIN, P.S.: Proc. Nat. Acad. Amer. 16, 627 (1930). — [11] STOREY, L.R.: Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., Ser. A 246, 908 (1953). — [12] SCHUMANN, W.O.: Z. angew. Phys. 9, 373 (1957).

Professor Dr. WINFRIED OTTO SCHUMANN,  
Elektrophysikalisches Institut der TH München

## Über den Einfluß asymmetrischer Verteilungsfunktionen bei Präzisionsgitterkonstantenmessungen

VON MANFRED WILKENS

Mit 6 Textabbildungen

(Eingegangen am 11. Juli 1958)

### I. Einleitung

In letzter Zeit ist verschiedentlich über Gitterkonstantenmessungen berichtet worden, bei denen ein  $\Delta a/a$  von etwa  $5 \cdot 10^{-6}$  angegeben wurde [1], [3], [3a].

Zieht man in Betracht, daß weder die Wellenlänge  $\lambda$  der Eigenstrahlung noch die Gitterkonstante  $a$ , für eine gegebene Interferenz, der Netzebenen- und  $d$  scharf definierte Größen sind, daß ferner die Meßvorrichtung mit Fehlern behaftet ist, so stellt sich die Frage, welche Meßfehler durch das Zusammenwirken dieser Umstände entstehen können, z.B. durch die bei Gitterkonstantenmessungen oft angewandte Extrapolationsmethode nicht zu eliminieren sind.

Die folgenden Überlegungen ergeben, daß insbesondere die Asymmetrie der spektralen Intensitätsanteile der Eigenstrahlungen von Cr-K bis Cu-K systematischen Fehlern  $\Delta a/a$  der Größenordnung führen kann. Sie werden verursacht durch mande Kristallgüte und nichtideale Meßvorrichtung, durch die Einflüsse, die verbreiternd auf das beobachtete Interferenzbild wirken. Die Ausschaltung der Fehler aus dem Meßresultat ist auch unter ungünstigen Umständen nur näherungsweise möglich.

### II. Erläuterung der benützten Funktionen

Bevor die verschiedenen Einflüsse auf das Meßresultat abgeschätzt werden, ist eine Erläuterung der benützten Funktionen zweckmäßig.

- a) Die Spektralfunktion  $S(\lambda)$ ,
- b) die Kristallfunktion  $K(d)$ ,
- c) die kristalleigene Streuintensitätsfunktion  $J(\Theta)$ ,
- d) die beobachtete Streuintensitätsfunktion  $B(\Theta)$ ,
- e) die Apparatfunktion  $G(\epsilon)$ .

Von diesen Funktionen werden einige Kenngrößen benötigt, die wie folgt definiert sind und zwar an einer beliebigen Funktion  $f(x)$ , die wie die oben erwähnten nirgendwo negativ ist und beiderseits ihres Maximums mehr oder minder rasch gegen Null abfällt (Abb. 1).

Das Maximum liegt bei

$$x_{f, \text{Max}} \quad (1)$$

Der Schwerpunkt liegt bei

$$\bar{x}_f = \frac{\int f(x) x dx}{\int f(x) dx} \quad (2)$$

Mit  $f(x_f^*)$  und  $f(x_f^-) = \frac{1}{2} f(x_{f, \text{Max}})$  und  $x_f^* > x_{f, \text{Max}}$ ; sowie  $x_f^- < x_{f, \text{Max}}$  ist die Halbweite

$$\Delta x_{f, \frac{1}{2}} = \frac{1}{2} (x_f^* - x_f^-) \quad (3)$$

(= die Hälfte der vollen Halbwertsbreite, Benennung im Anschluß an [4]) und die Mitte der Halbwertsbreite

$$x_{f, H} = \frac{1}{2} (x_f^* + x_f^-) \quad (4)$$

Der Index  $f$  wird dort fortgelassen, wo die Variable eindeutig auf die Funktion verweist.

Gelegentlich wird eine Deltafunktion mit folgender Bedeutung benötigt:

$$\delta(x) = 0 \text{ für } x \neq 0; \delta(0) = \infty; \int \delta(x) dx = 1. \quad (5)$$

Tabelle 1. Asymmetrieverhältnisse  $v$ , relative Halbweiten  $\Delta\lambda_3/\lambda_{\text{Max}}$  und Dubletteauflösungen verschiedener Eigenstrahlungen

	$v$	Nach PARRATT [7]			$v$	Nach BARDEN und SHAW [8]	
		$\frac{\Delta\lambda_3}{\lambda_{\text{Max}}} \cdot 10^4$	$\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}} \cdot 10^5$	$\frac{\lambda_{\alpha_1} - \lambda_{\alpha_2}}{\Delta\lambda_3} \dagger$		$\frac{\Delta\lambda_3}{\lambda_{\text{Max}}} \cdot 10^4 \dagger\dagger$	$\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$
Cr-K- $\alpha_1$ . . . . .	1,33	1,70	2,4	9,2	1,39	1,85	3,0
$\alpha_2$ . . . . .	1,14	1,98	1,3		1,02	2,41	0,3
$\beta$ . . . . .					1,51	2,51	5,2
Fe-K- $\alpha_1$ . . . . .	1,60	2,04	4,7	9,4	1,61	2,19	5,1
$\alpha_2$ . . . . .	1,35	2,32	3,5		1,26	2,55	2,9
$\beta$ . . . . .					1,72	2,60	6,7
Co-K- $\alpha_1$ . . . . .	1,44	1,75	3,2	10,7	1,36	1,90	2,9
$\alpha_2$ . . . . .	1,30	2,29	3,0		1,29	2,45	3,1
$\beta$ . . . . .					1,72	3,02	7,9
Ni-K- $\alpha_1$ . . . . .	1,22	1,53	1,5	10,5	1,23	1,59	1,6
$\alpha_2$ . . . . .	1,25	2,17	2,4		1,20	2,49	2,3
$\beta$ . . . . .					1,28	3,31	4,1
Cu-K- $\alpha_1$ . . . . .	1,15	1,50	1,1	14,0	1,12	1,60	0,9
$\alpha_2$ . . . . .	1,28	2,06	2,5		1,27	2,18	2,6
$\beta$ . . . . .					1,14	3,05	2,5
Mo-K- $\alpha_1$ . . . . .	1,00	1,90	0,0	31,0			
$\alpha_2$ . . . . .	1,03	1,96	0,3				

† Für die Halbweiten sind Mittelwerte der  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten eingesetzt.

†† Die kleinsten der beobachteten, nicht korrigierten Halbweiten.

Von einer wichtigen Eigenschaft der Faltungsintegrale wird mehrfach Gebrauch gemacht: Sind  $\bar{x}_f, \bar{x}_g, \bar{x}_h$  die Schwerpunkte der Funktionen  $f(x), g(x), h(x)$ , dann gilt

$$\bar{x}_h = \bar{x}_f + \bar{x}_g \quad \text{mit} \quad h(x) = \int f(x-y)g(y)dy. \quad (6)$$

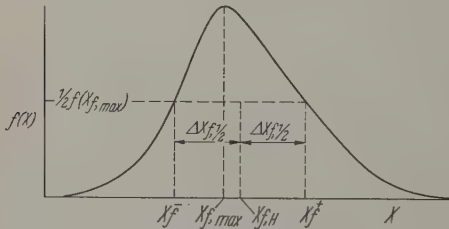


Abb. 1. Erläuterung der Kenngrößen von  $f(x)$

a)  $S(\lambda)$  ist die spektrale Intensitätsverteilung der Eigenstrahlung. Nach Literaturangaben (z.B. [5]) liegen bei den für Gitterkonstantenmessungen gebräuchlichen Eigenstrahlungen (Cr-K bis Cu-K)

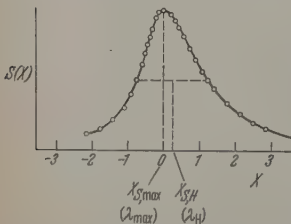


Abb. 2. Analytische Darstellung der Spektralfunktion  $S(\lambda)$ ,  $s(t)$  nach Gl. (7) mit  $t^+ = 1,25$ ,  $t^- = 0,75$ ,  $v = 1,65$ . c Punkte aus der von PARRATT [7] angegebenen  $S(\lambda)$ -Funktion für Fe-K $\alpha_1$

Eine Hauptschwierigkeit bei Präzisionsgitterkonstantenmessungen liegt nun darin, daß gerade diese Eigenstrahlungen asymmetrische Spektralfunktionen haben. Nach [6] wird die Asymmetrie durch das

Asymmetrieverhältnis  $v = \frac{\lambda^+ - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}} - \lambda^-}$  gekennzeichnet.

Etwas anschaulicher als dieses Verhältnis ist der

(relative) Abstand zwischen dem Maximum und der Mitte der Halbwertshöhe  $\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}} = \frac{v-1}{v+1} \cdot \frac{\Delta\lambda_3}{\lambda_{\text{Max}}}$

Tabelle 1 enthält einige in der Literatur veröffentlichte Werte. Man sieht, daß die Messungen von PARRATT [7] und von BEARDEN und SHAW [8]

zugleich des Abstandes  $\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$  — abgesehen

Cr-K $\alpha$  und Fe-K $\alpha$  — nur wenige  $10^{-6}$  von einander abweichen. PARRATT hat die Verbreiterung der Doppelspektrometer) gemessenen gegenüber den relativen Halbweiten  $\Delta\lambda_3$  durch eine halbempirische Korrekturgleichung ausgeschaltet. Ebenso hat er insbesondere bei Cr-K $\alpha$  und Fe-K $\alpha$  schon merkliche Überlappung der  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten, allerdings gefühlsmäßig, berücksichtigt. Somit scheinen seine Werte etwas verlässlicher zu sein.

Da in Abschnitt VI die Asymmetrie besonders interessiert, wird eine analytische Darstellung experimentell gefundenen  $S(\lambda)$ -Kurven benötigt. In [9] werden die beobachteten Kurven, abgesehen von Ausläufern, gut durch eine Funktion  $y = s(x)$  wiedergegeben mit  $x = \pm \sqrt{\frac{1}{y} - 1} + \sigma(1-y)$ ;  $x = \frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\Delta\lambda_3}$

Der Ausdruck  $\frac{2+\sigma}{2-\sigma}$  entspricht in dieser Darstellung dem Asymmetrieverhältnis  $v$  nach [6]. Einfacher und nahezu gleichwertig ist folgende Darstellung:

$$\left. \begin{aligned} S(x) &= \left[ 1 + \left( \frac{x}{t^+} \right)^2 \right]^{-1} \quad \text{für } x \geq 0, \\ S(x) &= \left[ 1 + \left( \frac{x}{t^-} \right)^2 \right]^{-1} \quad \text{für } x \leq 0, \\ \text{mit} \quad x &= \frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\Delta\lambda_3}, \quad t^+ = \frac{\lambda^+ - \lambda_{\text{Max}}}{\Delta\lambda_3}, \\ t^- &= \frac{\lambda_{\text{Max}} - \lambda^-}{\Delta\lambda_3}, \quad \frac{t^+}{t^-} = v. \end{aligned} \right\}$$

Abb. 2 zeigt, daß diese Darstellung z.B. dem von [7] mitgeteilten Profil  $S(\lambda)$  für Fe-K $\alpha_1$  bis in die Flanken hinein mit befriedigender Genauigkeit entspricht.



b) Die Kristallfunktion  $K(d)$  enthält alle, die Intensität verbreiternden Einflüsse, die durch die Qualität des Kristalles bzw. des Kristallpulvers bedingt sind. (Der Einfachheit halber seien die folgenden Überlegungen auf kubische Substanzen beschränkt, deren Netzebenenabstand  $d$  und Gitterkonstante  $a$  bekannten (hkl) gleichwertig sind.) Häufig wird sich dabei im wesentlichen um innere Spannungen (spannungen II. Art) handeln, die man als endliche Verteilungsfunktion der Netzebenenabstände  $d$  deuten kann. Deswegen ist  $d$  als Variable gewählt. Durch Teilchenkleinheit verursachte Interferenzverbreiterungen wirken sich für eine gegebene Interferenz in gleicher Weise aus. Da die verschiedene Winkelabhängigkeit beider Effekte im Rückstrahlbereich von untergeordneter Bedeutung ist, soll  $K(d)$  auch die Teilchengrößenverbreiterung beschreiben. Die endliche Breite des Totalreflexionsbereiches, wie sie nach der dynamischen Theorie des Interferenzvorganges zu erwarten ist, sei gleichfalls in  $K(d)$  enthalten. Für die folgenden Überlegungen soll aber die Möglichkeit ausgeschlossen werden, daß das Präparat Stapelfehler enthält, z.B. verformten kubisch-flächenzentrierten Metallen, durch Interferenzverschiebungen entstehen, die durch Abweichungen von der quadratischen Form des kristallinen Netzebenenabstand und Millerschen Indizes verursacht werden [10], [11].

c) Die Bragg'sche Gleichung  $\lambda/d = 2 \cdot \sin \Theta$  ordnet dem Wert des Quotienten  $\lambda/d$  einen bestimmten Winkel  $\Theta$  zu. Sind  $S(\lambda)$  und  $K(d)$  nicht beide durch eine Deltafunktion nach Gl. (5) darzustellen, d.h. hat eine der beiden oder haben beide Funktionen eine endliche Breite, dann entsteht bei dem Interferenzvorgang im Kristall für eine gegebene Netzebenenart die kristalleigene Verteilungsfunktion der Streuintensitäten  $J(\Theta)$  ebenfalls mit endlicher Breite. Wie diese Funktion, die nur bei idealer Apparategeometrie beobachtet wäre, von  $S(\lambda)$  und  $K(d)$  abhängt, wird in Abschnitt V und VII abgeleitet.

d), e) Sei einmal angenommen, daß  $S(\lambda)$  und  $K(d)$  durch die Deltafunktionen  $\delta(\lambda - \bar{\lambda})$  und  $\delta(d - \bar{d})$  gegeben sind, dann reflektiert der Kristall nur unter einem ganz bestimmten Winkel  $\Theta_0 = \arcsin \frac{\bar{\lambda}}{2\bar{d}}$ , und

ist auch  $J(\Theta) = \delta(\Theta - \Theta_0)$ . Man beobachtet aber trotzdem eine Streuintensitätsfunktion  $B(\Theta)$  mit endlicher Breite in der näheren Umgebung von  $\Theta_0$ , und in diesem Fall gilt die Beziehung  $B(\Theta) = B(\Theta_0 + \varepsilon) = G(\varepsilon)$ , wobei  $\varepsilon$  eine Hilfsvariable ist und  $G(\varepsilon)$  die vollständige Apparategeometrie beschreibt. Hat der  $J(\Theta)$  eine endliche Breite, was in Wirklichkeit immer der Fall ist, so ergibt sich die beobachtete Streuintensitätsverteilung durch das Faltungsintegral

$$B(\Theta) = \int J(\Theta - \varepsilon) G(\varepsilon) d\varepsilon. \quad (8)$$

Man erkennt, daß  $B(\Theta)$  nur dann mit der kristallinen Streuintensitätsfunktion  $J(\Theta)$  identisch ist, wenn die Apparatefunktion durch eine Deltafunktion  $\delta(\varepsilon)$  gegeben ist, d.h. bei idealer Apparategeometrie. In dem Maße, in dem das nicht zutrifft, sind  $B(\Theta)$  und  $J(\Theta)$  verschieden, und je nach Form der Ausdehnung von  $G(\varepsilon)$  können insbesondere  $\Theta_{B, \text{Max}}$ ,  $\Theta_{B, H}$ ,  $\bar{\Theta}_B$  verschieden von den entsprechenden Kenngrößen  $\Theta_{J, \text{Max}}$ ,  $\Theta_{J, H}$ ,  $\bar{\Theta}_J$  sein.

In Gl. (8) ist vorausgesetzt, daß für eine gegebene Interferenz die Funktion  $G(\varepsilon)$  in dem Winkelintervall

in dem  $J(\Theta) \neq 0$  ist, ihrerseits nicht oder nur in einem zu vernachlässigendem Maße vom Winkel  $\Theta$  abhängt. Diese Voraussetzung ist in allen gebräuchlichen Meßvorrichtungen ausreichend erfüllt.

Für verschiedene Interferenzen ist  $G(\varepsilon)$  im allgemeinen merklich verschieden. Die Abhängigkeit des zu  $G(\varepsilon)$  gehörigen Schwerpunktes  $\bar{\varepsilon}$  vom Winkel  $\Theta$  wird im nächsten Abschnitt im Zusammenhang mit der Extrapolationsmethode noch näher besprochen.

### III. Die Extrapolationsmethode

Es sei nun vorläufig angenommen, daß die zu  $J(\Theta)$  gehörigen Kenngrößen  $\Theta_{J, \text{Max}}$ ,  $\Theta_{J, H}$ ,  $\bar{\Theta}_J$  mit den entsprechenden Wellenlängen  $\lambda_{\text{Max}}$ ,  $\lambda_H$ ,  $\bar{\lambda}$  und der Bragg'schen Gleichung den gesuchten Netzebenenabstand  $d$  ergeben. In wie weit das zutrifft, wird in Abschnitt V und VII noch gesondert untersucht.

Da die  $S(\lambda)$ -Funktionen wie erwähnt im allgemeinen nicht symmetrisch sind,  $\lambda_{\text{Max}} \neq \lambda_H \neq \bar{\lambda}$ , bedarf es einer vorherigen Festlegung, welche Kenngröße von  $S(\lambda)$  und von  $B(\Theta)$  zur Gitterkonstantenmessung benutzt werden soll. Meist bezieht man sich auf die Wellenlänge  $\lambda_{\text{Max}}$ , die den Literaturangaben entspricht, und mißt im Experiment den Winkel  $\Theta_{B, \text{Max}}$  von  $B(\Theta)$ . Eine andere Möglichkeit ist,  $\bar{\lambda}$  und  $\bar{\Theta}_B$  oder auch  $\lambda_H$  und  $\Theta_{B, H}$  zu benutzen. Um nun die durch  $G(\varepsilon)$  erzeugte Verschiebung von  $\Theta_{B, \text{Max}}$ ,  $\Theta_{B, H}$ ,  $\bar{\Theta}_B$  gegenüber den entsprechenden, aber nicht unmittelbar meßbaren Größen von  $J(\Theta)$  auszuschalten, wendet man oft die Extrapolationsmethode an, die im folgenden kurz skizziert werden soll.

Normalerweise wirken in einem Apparat gleichzeitig und unabhängig voneinander mehrere Einflüsse (Fehler), die entweder nur eine Verbreiterung oder nur eine Verschiebung der beobachteten Streuintensitätsfunktion  $B(\Theta)$  gegenüber der kristalleigenen Funktion  $J(\Theta)$  oder beides zugleich erzeugen. Jedem dieser Fehler (Index  $i$ ) kann man eine Apparatefunktion  $G_i(\varepsilon)$  zuordnen [12]. Zwei dieser Funktionen  $G_i$  und  $G_k$  setzen sich wieder mit einem Faltungsintegral zusammen.

$$G_{ik}(\varepsilon) = \int G_i(\varepsilon - \eta) G_k(\eta) d\eta. \quad (9)$$

Durch wiederholte Anwendung dieser Operation erhält man aus den einzelnen Funktionen  $G_i(\varepsilon)$  eine resultierende Funktion  $G(\varepsilon)$ . Nun ist mit dieser Darstellung nicht viel gewonnen, da man im allgemeinen die Größe des Fehlers nicht genau kennt, der durch die einzelnen Apparatefunktionen beschrieben wird. Meist läßt sich aus der vorgegebenen Apparategeometrie nur entnehmen, wie die Funktionen  $G_i(\varepsilon)$  ihrerseits vom Winkel  $\Theta$  abhängen, und man begnügt sich dabei mit der Angabe des Schwerpunktes  $\bar{\varepsilon}_i$  von  $G_i(\varepsilon)$ , für den i.a. in ausreichender Näherung die Darstellung gilt:  $\bar{\varepsilon}_i = c_i \cdot f_i(\Theta)$ . Dabei ist für die einzelne Messung die Konstante  $c_i$  eine Apparatekonstante, die die Größe z.B. der Horizontaldivergenz oder den Absorptionskoeffizienten enthält, und  $f_i(\Theta)$  eine reine Winkelfunktion, die nur vom Meßverfahren und der Art des betreffenden Fehlers abhängt. Nach Gl. (6) und (9) gilt dann für den Schwerpunkt der resultierenden Funktion  $G(\varepsilon)$ :

$$\bar{\varepsilon} = \Sigma \bar{\varepsilon}_i = \Sigma c_i f_i(\Theta). \quad (10)$$

Bei Gitterkonstantenmessungen wird meist nur der Rückstrahlbereich  $\Theta \geq 60^\circ$  ausgenutzt. Es ist nun

bekannt, daß bei vielen Meßverfahren die einzelnen  $\bar{\varepsilon}_i$  Winkelfunktionen  $f_i(\theta)$  haben, die bei genügend hohen Winkeln  $\theta$  sehr ähnlich sind und ungefähr proportional zu  $(\frac{\pi}{2} - \theta)$  gegen 0 gehen. (Bezüglich Zählrohrgoniometermessungen siehe [12], [13], [14]. Debye-Scherrer- und fokussierende Rückstrahlverfahren sind ausführlich z. B. in [15] behandelt.) Auf die Apparatfunktion der Vertikaldivergenz, für die diese Näherung nicht immer gilt, wird in Abschnitt VIII noch eingegangen.

Beschränkt man sich auf solche Apparateinflüsse, deren  $f_i(\theta)$  ausreichend ähnlich sind, so kann man näherungsweise setzen

$$\bar{\varepsilon} = f_{\Sigma}(\theta) \cdot \Sigma c_i, \quad (11)$$

wobei die Größe von  $\Sigma c_i$  nicht bekannt ist und  $f_{\Sigma}(\theta)$  die Winkelfunktion  $f_i(\theta)$  ist, die dem voraussichtlich größten der Schwerpunkte  $\bar{\varepsilon}_i$  zukommt.

Sieht man einmal von dem Einfluß der winkelabhängigen Dispersion nach Abschnitt V ab und bezieht die Gitterkonstantenmessung auf  $\bar{\lambda}$  und  $\bar{\theta}_J$ , so folgt aus Gl. (6) und (8), daß man statt des gesuchten Schwerpunktes  $\bar{\theta}_J$  den Schwerpunkt

$$\bar{\theta}_B = \bar{\theta}_J + \bar{\varepsilon} \quad (12)$$

mißt. Der systematischen Winkelfehlmeßung  $\bar{\varepsilon}$  entspricht eine Gitterkonstantenfehlmeßung  $\Delta a/a = -\cotg \theta \cdot \bar{\varepsilon} = -\Sigma c_i \cdot f_{\Sigma}(\theta) \cdot \cotg \theta$ . Trägt man also die an den einzelnen Interferenzen gemessenen Gitterkonstanten über der Funktion  $f_{\Sigma}(\theta) \cdot \cotg \theta$  auf und extrapoliert auf  $\theta = 90^\circ$ , so erhält man  $\Delta a/a = 0$ , d. h. die richtige Gitterkonstante ohne Kenntnis der  $\Sigma c_i$ . Ist der zu  $f_{\Sigma}(\theta)$  gehörige Schwerpunkt  $\bar{\varepsilon}_i$  wesentlich größer als die übrigen  $\bar{\varepsilon}_i$  oder sind die verschiedenen  $f_i(\theta)$ -Funktionen hinreichend ähnlich, dann kann man linear auf  $\theta = 90^\circ$  extrapolieren. Ist das innerhalb des statistisch bedingten Streubereiches der an den einzelnen Interferenzen gewonnenen Meßwerte nicht möglich, dann ist entweder die Extrapolationsfunktion  $f_{\Sigma}(\theta) \cdot \cotg \theta$  falsch gewählt oder es treten in der Meßapparatur mehrere  $\bar{\varepsilon}_i$  etwa der gleichen Größenordnung und mit wesentlich verschiedenen Winkelfunktionen  $f_i(\theta)$  auf. Um eine mehr gefühlsmäßige krummlinige Extrapolation, die wegen der darin enthaltenen Willkür nicht sehr verläßlich erscheint, zu vermeiden, muß die Meßanordnung soweit verändert werden, bis eine lineare Extrapolation über eine Funktion möglich ist, die natürlich durch die Meßanordnung begründet sein muß. Letztere Bedingung ist um so wesentlich, je weiter die letzte Interferenz von  $\theta = 90^\circ$  entfernt ist. Das ist z. B. an den verschiedenen Extrapolationsfunktionen zu erkennen, die [16] und [16a] versuchsweise bei Debye-Scherrer-Aufnahmen angewandt haben.

Bislang bezogen sich die Überlegungen auf die Messung von Interferenzschwerpunkten. Dieses ist aber in der Praxis sehr mühsam und wegen des kontinuierlichen Überganges zwischen Interferenzausläufern und Streuuntergrund kaum mit der Genauigkeit möglich, die bei höchsten Anforderungen angestrebt wird. Die folgenden Betrachtungen befassen sich deshalb nicht mehr mit Schwerpunktmessungen sondern vorwiegend mit Messungen des Maximums  $\theta_{B, \text{MAX}}$ . In diesem Falle setzt man bei der Anwendung der Extrapolationsmethode voraus, daß ähnlich zu

Gl. (12) eine Beziehung

$$\theta_{B, \text{MAX}} = \theta_{J, \text{MAX}} + \bar{\varepsilon}$$

besteht. Wenn diese Gleichung genau erfüllt wäre, im folgenden wird diese Frage ausführlich untersucht — dann ließen sich die gleichen Folgerungen ziehen, und man erhielte nach Extrapolation über  $f_{\Sigma}(\theta) \cdot \cotg \theta$  auf  $\theta = 90^\circ$  die richtige Gitterkonstante.

#### IV. Problemstellung

Eine Prüfung der Gl. (13) bedeutet eine Untersuchung der Lage des Maximums von Gl. (8)

$$B(\theta) = \int J(\theta - \varepsilon) G(\varepsilon) d\varepsilon$$

in Abhängigkeit von den Funktionen  $G(\varepsilon)$  und  $J(\theta)$ , wobei letztere ihrerseits von den zwei unabhängigen Funktionen  $S(\lambda)$  und  $K(d)$  gebildet wird. Um die Verhältnisse übersehbar zu halten, muß man sie vereinfachen, indem bezüglich der drei Funktionen idealisierten Modellen ausgegangen wird.

Unter gewissen Voraussetzungen lassen sich folgende Aussagen machen:

1. Sind  $J(\theta)$  und  $G(\varepsilon)$  beide symmetrische Funktionen, bei denen also Schwerpunkt und Maximum koinzidieren, dann hat  $B(\theta)$  das Maximum bei  $\theta_{B, \text{MAX}} = \bar{\theta}_B = \bar{\theta}_J + \bar{\varepsilon} = \theta_{J, \text{MAX}} + \bar{\varepsilon}$ , d. h. Gl. (13) ist erfüllt. Das folgt aus Gl. (6) und aus der Tatsache, daß in diesem Fall die resultierende Funktion  $B(\theta)$  ebenfalls symmetrisch ist.

2. Sind  $J(\theta)$  oder  $G(\varepsilon)$  oder beide Funktionen asymmetrisch und ist  $G(\varepsilon)$  eine „schmale“ Funktion gegenüber  $J(\theta)$ , dann gilt Gl. (13) näherungsweise  $\theta_{B, \text{MAX}} \approx \theta_{J, \text{MAX}} + \bar{\varepsilon}$ . Man ersieht das aus dem Grenzfall, wenn  $G(\varepsilon) = \delta(\varepsilon - \bar{\varepsilon})$  nach Gl. (5) ist. Die Verschiebung in Gl. (8) bewirkt dann nur eine Koordinatenschiebung ohne Profiländerung:  $B(\theta) = J(\theta - \bar{\varepsilon})$ .

3. Ist  $J(\theta)$  ausreichend schmal gegen  $G(\varepsilon)$ , so ergibt sich aus dem Fall 2. durch Vertauschen von  $J(\theta)$  mit  $G(\varepsilon)$ :  $\theta_{B, \text{MAX}} \approx \theta_J + \varepsilon_{\text{MAX}}$ . Dieser Fall dürfte aber im Rückstrahlbereich im allgemeinen ohne Bedeutung sein. Dagegen beruhen die theoretischen und experimentellen Untersuchungen von [16] und [16a] bezüglich des Debye-Scherrer-Verfahrens auf dieser Voraussetzung.

Trifft keiner dieser drei Fälle zu, sind beide Funktionen  $J(\theta)$  und  $G(\varepsilon)$  von etwa gleicher Breite, dann hängt die Lage des Maximums von  $B(\theta)$  stark von der speziellen Gestalt und Asymmetrie beider Funktionen ab, und allgemeine Aussagen lassen sich nicht machen.

Bei Anwendung der in Abschnitt III geschilderten Extrapolationsmethode wird nun stillschweigend angenommen, daß die Voraussetzungen von 1. oder wenigstens in ausreichender Näherung erfüllt sind. Um einen Anhalt dafür zu bekommen, wie weit die Näherung reicht, werden im folgenden die in Tabelle 2 aufgeführten Einzelfälle durchgerechnet. In den Angaben in den einzelnen Zeilen enthalten die wesentlichen Voraussetzungen bezüglich der in den Spaltenköpfen angegebenen Funktionen. Die Funktion, deren Verhalten in Abhängigkeit dieser Voraussetzung untersucht werden soll, ist durch ein ? gekennzeichnet. Man erkennt, daß die eben unter 1. und 2. angegebenen Fälle als Grenzfälle zu den in den Abschnitten VI und VIII behandelten Beispielen aufzufassen sind. In Abschnitt V und VII wird die bislang noch nicht gegebene Darstellung der Funktion  $J(\theta)$  aus den beiden Funktionen  $S(\lambda)$  und  $K(d)$  besprochen.



Tabelle 2. Zusammenstellung der untersuchten Modelle

Schnitt	$S(\lambda)$	$K(d)$	$J(\Theta)$	$G(\epsilon)$	$B(\Theta)$	$B(\Theta)_{\alpha_1} + B(\Theta)_{\alpha_2}$
V	symmetrisch	$\delta(d - \bar{d})$	?	—	—	—
VI	schwach asymmetrisch	$\delta(d - \bar{d})$	schwach asymmetrisch	symmetrisch	?	—
VII	schwach asymmetrisch	symmetrisch	?	symmetrisch	?	—
VIII	symmetrisch	$\delta(d - \bar{d})$	symmetrisch	schmal und asymmetrisch	?	—
IX	symmetrisch	symmetrisch	symmetrisch	symmetrisch	symmetrisch	?
X	Diskussion im Hinblick auf Präzisionsmessungen					
XI	Gleichzeitige Benützung verschiedener Eigenstrahlungen					
XII	Visuelle Filmvermessung					

Schnitt IX wird eine grobe Abschätzung vorgenommen, in wie weit eine ungenügende Dubletteauf-  
ang der  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten einer Interferenz  
fälschend auf das Meßresultat wirkt. Bei einer Dis-  
sion der Ergebnisse in Abschnitt X wird dann  
igt, daß eine Gitterkonstantenbestimmung im  
chluß an die Mitte der Halbwertshöhe, d.h. mit  
Wellenlänge  $\lambda_H$  und dem gemessenen Winkel  $\Theta_{B,H}$   
guten Präparaten und günstiger Apparategeome-  
unter Umständen Vorteile bietet, wenn höchste  
auigkeiten angestrebt werden. In den letzten  
en Abschnitten ergeben sich einige Gesichtspunkte  
bei der gleichzeitigen Benützung mehrerer Eigen-  
hlungen und bei visueller Filmvermessung beachtet  
der müssen.

## V. Darstellung der kristalleigenen Streuintensitätsfunktion

Der Zusammenhang zwischen der kristalleigenen  
intensitätsfunktion und den Verteilungsfunk-  
 $S(\lambda)$  und  $K(d)$  soll schrittweise abgeleitet werden,  
m vorläufig angenommen wird, daß  $K(d)$  durch  
Deltafunktion  $\delta(d - \bar{d})$  nach Gl. (5) gegeben ist.  
Abschnitt VII wird diese einschränkende Voraus-  
ung dann fallengelassen.

Die Braggsche Gleichung  $\lambda = 2\bar{d} \sin \Theta$  ordnet  
m Wert von  $\lambda$  einen Winkel  $\Theta$  zu. Man kann  
Ansatz machen, daß das Wellenlängenintervall  
sich mit der Intensität proportional zu  $S(\lambda) d\lambda$   
das entsprechende Winkelintervall  $d\Theta$  abbildet.  
so entstehenden Verteilungsfunktion überlagert  
noch der Lorentz-Polarisations-Faktor für Pulver-  
nahmen  $LP(\Theta) = \frac{1 + \cos^2 2\Theta}{\sin 2\Theta \cdot \sin \Theta}$ . Damit erhält man  
 $= S(\lambda) \frac{d\lambda}{d\Theta} LP(\Theta)$ . Da für eine gegebene Inter-  
nz der konstante Faktor = 1 gesetzt werden kann,  
bt sich ([17])

$$I(\Theta) = S(\lambda) \frac{1 + \cos^2 2\Theta}{\sin^2 \Theta} \quad \text{mit} \quad \lambda = 2\bar{d} \sin \Theta. \quad (14)$$

muß geprüft werden, in wie weit die Winkel  
 $\lambda_{\text{Max}}$  und  $\Theta_{J,H}$  mit den Wellenlängen  $\lambda_{\text{Max}}$  bzw.  $\lambda_H$   
der Braggschen Gleichung den richtigen Netz-  
nenabstand  $\bar{d}$  ergeben.

Setzt man

$$S(\lambda) = \left[ 1 + \left( \frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}} \right)^2 \right]^{-1} \quad (15)$$

und differenziert G. (14) nach  $\Theta$ , so ergibt sich unter  
Verwendung von  $\frac{d - \bar{d}}{\bar{d}} = - \frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$  in erster Nähe-  
rung

$$\left. \begin{aligned} \lambda_{\text{Max}} &= 2 \sin \Theta_{J, \text{Max}} \cdot \bar{d} \cdot \{1 - \varrho^2 \cdot \tau\}; \\ \varrho &= \frac{\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}}{\lambda_{\text{Max}}}; \quad \tau = \frac{2 \sin^4 \Theta - 1}{1 - 2 \sin^2 \Theta + 2 \sin^4 \Theta} \end{aligned} \right\} \quad (16)$$

Der winkelabhängige Faktor  $\tau$  in der geschweiften  
Klammer ist im Rückstrahlbereich immer von der  
Größenordnung 1. Da  $(\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}/\lambda_{\text{Max}})^2 \approx 4 \cdot 10^{-8}$ , kann das  
Korrekturglied auch bei höchsten Genauigkeiten vernachlässigt werden.

Eine zu Gl. (16) analoge Beziehung folgt, wenn  
man Gl. (14) und (15) bis zu zweiten Potenzen in  
 $\frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$  und  $(\Theta - \Theta_{J, \text{Max}})$  entwickelt.

$$\lambda_H = 2 \cdot \sin \Theta_{J, H} \cdot \bar{d} \cdot \left\{ 1 - 2 \cdot \varrho^2 \cdot \tau - \frac{1}{2} \varrho^2 \text{tg}^2 \Theta \right\}; \quad (17)$$

$\varrho, \tau$  nach Gl. (16).

Das erste Korrekturglied in der geschweiften Klammer  
ist wieder wie oben von der Größenordnung  $10^{-7}$   
bis  $10^{-8}$  und läßt sich deswegen stets vernachlässigen.  
Das zweite Glied hat mit  $(\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}/\lambda_{\text{Max}})^2 = 4 \cdot 10^{-8}$  erst  
bei  $\Theta = 86,4^\circ$  den Wert  $5 \cdot 10^{-6}$  erreicht. Diese Kor-  
rektur, eine Folge der im Rückstrahlbereich stark  
winkelabhängigen Dispersion  $\Delta \Theta / \frac{\Delta \lambda}{\lambda} = \text{tg} \Theta$ , ist dem-  
nach in den meisten Fällen ebenfalls ohne Bedeutung.  
In Gl. (16) und (17) ist die Asymmetrie von  $S(\lambda)$   
nicht berücksichtigt. Sie würde sich erst in höheren  
Näherungen bemerkbar machen und fällt somit nicht  
ins Gewicht.

Da also die Korrekturen bezüglich  $\lambda_{\text{Max}}$  und  $\Theta_{J, \text{Max}}$   
bzw.  $\lambda_H$  und  $\Theta_{J, H}$  unerheblich sind, kann man folgern,  
daß die Funktion  $J(\Theta)$ , eventuell unter Ausschluß  
der Ausläufer, der „Schwänze“, in erster Näherung  
folgender Gleichung genügt:

$$\left. \begin{aligned} J(\Theta) &= S(\lambda) \\ \text{mit} \quad \frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}} &= \cotg \Theta_{J, \text{Max}} \cdot (\Theta - \Theta_{J, \text{Max}}) \end{aligned} \right\} \quad (18)$$

Der Vollständigkeit halber soll hier noch kurz auf  
Gitterkonstantenmessungen mit der Schwerpunkts-  
wellenlänge  $\bar{\lambda}$  und dem Schwerpunkt  $\bar{\Theta}_J$  von  $J(\Theta)$   
eingegangen werden. LANG [17] hat diesen Fall schon  
ausführlich behandelt. Entwickelt man Gl. (14) wieder

bis zu zweiten Potenzen in  $\frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$  und  $(\Theta - \Theta_{J, \text{Max}})$  und bestimmt den Schwerpunkt  $\bar{\Theta}_J$ , so ergibt sich folgende korrigierte Braggische Gleichung:

$$\left. \begin{aligned} \bar{\lambda} &= 2 \cdot \sin \bar{\Theta}_J \cdot \bar{d} \cdot \left\{ 1 - \alpha^2 \cdot \tau - \frac{3}{2} \alpha^2 \text{tg}^2 \Theta \right\}; \\ \text{mit} \quad \tau &\text{ nach Gl. (16)} \\ \alpha &= \frac{\lambda - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}; S_x(\alpha) = S(\lambda); \bar{\alpha}^2 = \frac{\int S_x(x) x^2 dx}{\int S_x(x) dx} \end{aligned} \right\} \quad (19)$$

Für  $S(\lambda)$  nach Gl. (15) ist  $\bar{\alpha}^2 = \infty$ . Schneidet man aber die Enden dieser Verteilungsfunktion z.B. bei  $|\lambda - \lambda_{\text{Max}}| = 5 \cdot \Delta \lambda_{\frac{1}{2}}$  ab, dann ist  $\bar{\alpha}^2 = 2,65 (\Delta \lambda_{\frac{1}{2}} / \lambda_{\text{Max}})^2$ . Je nach dem, wie weit man bei Schwerpunktsmessungen die Schwänze noch erfaßt — in der darin liegenden Willkür liegt eine beträchtliche Meßunsicherheit — muß man mit kleineren oder größeren Werten für  $\bar{\alpha}^2$  rechnen.

Man erkennt, daß trotzdem das erste Korrekturglied i.a. wieder zu vernachlässigen ist. Setzt man etwa  $\alpha^2 = 3 \cdot (\Delta \lambda_{\frac{1}{2}} / \lambda_{\text{Max}})^2 = 12 \cdot 10^{-8}$ , so hat das zweite Korrekturglied, das wie in Gl. (17) durch die winkelabhängige Dispersion bedingt ist, bei  $\Theta = 82,3^\circ$  den Wert  $10^{-5}$  erreicht und ist somit bei genauen Messungen im Rückstrahlungsbereich nicht zu vernachlässigen.

Nach [17] umgeht man aber die durch die winkelabhängige Dispersion verursachten Korrekturen in Gl. (17) und (19), indem man wie in Gl. (18)  $J(\Theta) = S(\lambda)$  setzt, wegen  $\lambda = \text{const} \cdot \sin \Theta$  die Streuintensitäten nicht über  $\Theta$  sondern über  $\sin \Theta$  aufträgt und abweichend von den Definitionen in Gl. (2) und (4) den Schwerpunkt durch  $\bar{\sin \Theta}_J = \frac{\int J(\Theta) \sin \Theta d(\sin \Theta)}{\int J(\Theta) d(\sin \Theta)}$  und die Mitte der Halbwertshöhe durch  $(\sin \Theta)_{J, H} = \frac{1}{2} [\sin \Theta_J^+ + \sin \Theta_J^-]$  erklärt und mit diesen Werten in die Braggische Gleichung geht.

## VI. Asymmetrische Spektralfunktion und symmetrische Apparatefunktion

Auch in diesem Abschnitt sei noch daran festgehalten, daß die Kristallfunktion  $K(d)$  durch eine Deltafunktion  $\delta(d - \bar{d})$  nach Gl. (5) gegeben ist und damit keinen verbreiternden Einfluß auf  $J(\Theta)$  ausübt.

Für die Rechnungen wird die Spektralfunktion  $S(\lambda)$  nach Gl. (7) zugrunde gelegt. Als Asymmetrieverhältnis soll  $\nu = 1,35$  gewählt werden, das nach Tabelle 1 ungefähr einem Mittelwert der beobachteten Asymmetrieverhältnisse von Cr-K bis Cu-K entspricht. Nach Gl. (18) kann dann die gleiche Funktion in erster Näherung für  $J(\Theta)$  benützt werden.

$$\left. \begin{aligned} S(\lambda) = J(\Theta) = j(x) &= \left[ 1 + \left( \frac{x}{0,85} \right)^2 \right]^{-1} \text{ für } x \leq 0 \\ &= \left[ 1 + \left( \frac{x}{1,15} \right)^2 \right]^{-1} \text{ für } x \geq 0 \\ \text{mit} \quad \frac{\Theta - \Theta_{J, \text{Max}}}{\Delta \Theta_{J, \frac{1}{2}}} &= x; \quad \Delta \Theta_{J, \frac{1}{2}} = \frac{\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}}{\lambda_{\text{Max}}} \cdot \text{tg } \Theta; \\ x_{J, \text{Max}} &= 0, \quad x_{J, H} = 0,15, \quad \Delta x_{J, \frac{1}{2}} = 1 \end{aligned} \right\} \quad (20)$$

Ohne Beschränkung der Allgemeinheit darf man annehmen, daß die (symmetrische) Apparatefunktion ihren Schwerpunkt in  $\bar{\varepsilon} = 0$  hat. Denn ist das nicht der Fall, so läßt sich mit  $G(\varepsilon) = G(\bar{\varepsilon} + \eta)$  eine neue Variable  $\eta$  einführen. Die beobachtete Streuintensitätsverteilung

$$B(\Theta) = \int J(\Theta - \varepsilon) G(\varepsilon) d\varepsilon = \int J((\Theta - \bar{\varepsilon}) - \eta) G(\bar{\varepsilon} + \eta) d\eta$$

entsteht dann durch Faltung einer um  $\bar{\varepsilon}$  unverändert verschobenen Funktion  $J(\Theta - \bar{\varepsilon})$  mit einer zum Nullpunkt der laufenden Koordinate  $\eta$  symmetrischen Apparatefunktion. Bleibt bei der Faltung das Maximum von  $B(\Theta)$  an der gleichen Stelle wie das Maximum von  $J(\Theta - \bar{\varepsilon})$ , so ist Gl. (13) offenbar erfüllt. Verschiebt aber die zum Nullpunkt symmetrische Apparatefunktion das Maximum von  $B(\Theta)$ , so bedeutet das eine Abweichung von Gl. (13), die gerade untersucht werden soll. Demnach genügt von vorneherein, symmetrische Apparatefunktionen zu betrachten, bei denen  $\bar{\varepsilon} = 0$  ist.

Nachdem für  $J(\Theta)$  in Gl. (20) eine auf die jeweilige Halbwerte bezogene, normierte Darstellung gefunden ist, ist es zweckmäßig, auch  $G(\varepsilon)$  und  $B(\Theta)$  in entsprechend normierter Weise aufzustellen. Man erhält

$$G(\varepsilon) = g(y) \text{ mit } y = \varepsilon / \Delta \Theta_{J, \frac{1}{2}},$$

und mit  $x$  und  $j(x)$  nach Gl. (20) wird

$$b(x) = \int j(x - y) g(y) dy.$$

Als  $g(y)$  werden drei idealisierte Beispiele angenommen.

$$\left. \begin{aligned} g_1(y) &= 1 \quad \text{für } |y| \leq p \\ &= 0 \quad \text{für } |y| > p \\ &\quad \text{Rechteckfunktion, Halbwerte} = p \\ g_2(y) &= 1 - \frac{y^2}{q^2} \quad \text{für } |y| \leq q \\ &= 0 \quad \text{für } |y| > q \\ &\quad \text{Parabelfunktion, Halbwerte} = \frac{1}{2} \sqrt{2} q \\ g_3(y) &= 1 - \frac{y}{r} \quad \text{für } 0 \leq y \leq r \\ &= 1 + \frac{y}{r} \quad \text{für } -r \leq y \leq 0 \\ &= 0 \quad \text{für } |y| > r \\ &\quad \text{Dreiecksfunktion, Halbwerte} = \frac{1}{2} \cdot r \end{aligned} \right\}$$

Die Parameter  $p, q, r$  sind ein Maß für die Ausdehnung der Apparatefunktionen, bezogen auf die jeweilige Halbwerte  $\Delta \Theta_{J, \frac{1}{2}}$  von  $J(\Theta)$ . Mit diesen Funktionen läßt sich das Faltungsintegral in Gl. (20) elementar auswerten. Da die resultierenden Funktionen  $b(x)$  unübersichtlich sind und die Bestimmung der gesuchten Koordinaten  $x_{b, \text{Max}}$ ,  $x_{b, H}$ , und  $\Delta x_{b, \frac{1}{2}}$  durch „Punkt-für-Punkt-Ausrechnen“ und Interpolation möglich ist, sei auf die zugehörigen Rechnungen hier verzichtet.

Abb. 3a zeigt die Verschiebung des Maximums  $x_{b, \text{Max}}$  gegenüber dem Maximum  $x_{j, \text{Max}} = 0$  für die verschiedenen Formen von  $g(y)$  und für verschiedene Parameter  $p, q, r$ . Nimmt man  $\Delta \lambda_{\frac{1}{2}} / \lambda_{\text{Max}} = 2 \cdot 10^{-4}$  was als Mittelwert für die hier interessierenden Eigenschaftstrahlungen gelten kann, dann läßt sich die Verschiebung mit  $\Delta a/a = -2 \cdot 10^{-4} \cdot x_{b, \text{Max}}$  zugleich als Gitterkonstantenfehlmessung angeben. Das ist an der Ordinate von Abb. 3a geschehen. Als Abszisse ist die Halbwerte  $\Delta x_{b, \frac{1}{2}}$  von  $b(x)$  gewählt worden, da die entsprechende Halbwerte  $\Delta \Theta_{B, \frac{1}{2}}$  von  $B(\Theta)$  bei objektiver Registrierung der Streuintensitäten (Zählrohr-Photometer) der Messung leicht zugänglich ist. Eine Vergrößerung von  $\Delta \Theta_{B, \frac{1}{2}}$  gegenüber einer aus Literaturangaben berechneten, allein spektral bedingten Halbwerte  $\frac{\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}}{\lambda_{\text{Max}}} \cdot \text{tg } \Theta$  wird gelegentlich als Kriterium für einen Einfluß der Apparatefunktionen auf das Intensitätsprofil von  $B(\Theta)$  herangezogen. Abb. 3b zeigt



die als Beispiele gewählten Apparatefunktionen Abhängigkeit ihrer Halbwerten verbreiternd auf wirken.

Man erkennt in Abb. 3, daß schon relativ schmale paratefunktionen das Maximum  $x_{b, \text{MAX}}$  in merkwürdiger Weise verschieben, so daß Meßfehler  $\Delta a/a$  der 5ten Ordnung  $10^{-5}$  entstehen können, wenn die Halbwerte  $\Delta x_{b, \frac{1}{2}}$  (bzw.  $\Delta \theta_{B, \frac{1}{2}}$ ) erst wenige Prozent gegenüber der Halbwerte  $\Delta x_{j, \frac{1}{2}}$  (bzw.  $\Delta \theta_{J, \frac{1}{2}}$ ) vergrößert ist. Abb. 3 kann selbstverständlich nur als Richtschnur dienen, mit welchen Fehlmessungen man rechnen hat, da durch die Beschränkung der Rechnung auf die drei idealisierten Apparatefunktionen in Wirklichkeit vorkommenden Verhältnisse sicher nicht erschöpfend dargestellt werden und da die analytische Darstellung für  $j(x)$  in Gl. (20) für genauere Aussagen nicht ausreicht. Deswegen wurde auch darauf verzichtet, die Kurven in Abb. 3 zu noch größeren Halbwerten  $\Delta x_{b, \frac{1}{2}}$  auszudehnen.

Da die Verschiebung des Maximums im Sinne einer Symmetrisierung des Profils von  $B(\theta)$  erfolgt, soll folgenden der einfachen Sprechweise halber von einer „Verschmierung“ der Asymmetrie gesprochen werden.

Es ist nun bemerkenswert, daß bei den hier durchgerechneten Beispielen die Mitte der Halbwertshöhe von  $b(x)$  nur sehr viel weniger von der Apparatefunktion  $g(y)$  beeinflusst wird als das Maximum  $x_{b, \text{MAX}}$ . Die gefundenen Werte sind in Abb. 3 mit eingetragen. Man erkennt, daß die Verschiebung von  $x_{b, H}$  nur etwa 10% der Verschiebung von  $x_{b, \text{MAX}}$  beträgt, und zwar weitgehend unabhängig von der Form für  $g(y)$ , die sich daraus ergebenden Möglichkeiten für Konzentrationsmessungen wird in Abschnitt X eingegangen.

Nun ist allerdings leicht einzusehen, daß nicht ganz ohne Fehler, der durch die verschmierende Wirkung der Apparatefunktion erzeugt wird, sich im Extrapolationsergebnis wiederfindet. Die Halbwerte  $x_{j, \frac{1}{2}}$  von  $J(\theta)$  nimmt mit  $\text{tg } \theta$  zu, während die Ausdehnung von  $G(\varepsilon)$  im Rückstrahlbereich vom Winkel  $\theta$  nur schwach abhängt, u. U. näherungsweise konstant ist. In der normierten Darstellung nach Gl. (21) bedeutet das, daß die Breite von  $g(y)$  mit wachsendem Winkel  $\theta$  abnimmt, d. h. nach Abb. 3 ist der Meßfehler um so kleiner, je näher die Interferenz am  $\theta = 90^\circ$  liegt, und bei der Extrapolation wird ebenfalls teilweise eliminiert. Da aber Form und Ausdehnung der Apparatefunktionen bzw. deren Abhängigkeit vom Winkel für die einzelnen Meßvorrichtungen stark verschieden sein kann, ist eine Abschätzung des verbleibenden Fehlers am Extrapolationsergebnis im allgemeinen nicht möglich.

Die Ergebnisse dieses Abschnittes beziehen sich auf ein Asymmetrieverhältnis  $\nu = 1,35$  und  $\Delta \lambda_3/\lambda_{\text{MAX}} = 10^{-4}$  bzw.  $\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{MAX}}}{\lambda_{\text{MAX}}} = 3 \cdot 10^{-5}$ . Diese Werte treffen

mit Tabelle 1 ungefähr für Co-K $\alpha$ -Strahlung zu. Für Fe-K-Strahlung hat eine geringere Asymmetrie, und Meßfehler  $\Delta a/a$  nach Abb. 3 werden entsprechend geringer sein. Bei Fe-K-Strahlung hingegen, die das beste Asymmetrieverhältnis der für Gitterkonstantenmessungen gebräuchlichen Eigenstrahlungen hat, kann man mit Meßfehlern rechnen, die noch wesentlich höher sein können, als Abb. 3 zeigt.

Zum Schluß dieses Abschnittes sei ein Beispiel der Praxis angeführt. Beim fokussierenden Plan-

film-Rückstrahl-Verfahren mit kreisförmiger Fokussierungsblende ist ein Abstand Film-Präparat von 60 mm und eine Fokussierungsblende mit 0,3 mm Durchmesser eine gebräuchliche Meßanordnung. Bei  $\theta = 80^\circ$  hat  $J(\theta)$  eine Halbwerte von  $\approx 6 \cdot 10^{-2}^\circ$ , der etwa 0,12 mm auf dem Film entsprechen (Co-K $\alpha$ -Strahlung). Einer runden Fokussierungsblende mit dem Radius 0,15 mm entspricht bei kleiner Primärstrahldivergenz näherungsweise eine halbkreisförmige Apparatefunktion mit gleichem Radius auf dem Film. Diese Halbkreisfunktion läßt sich etwa durch eine Parabelfunktion  $g_2(y)$  nach Gl. (23) mit  $q \approx 1$  ersetzen. Dieser Ansatz gibt ein  $g(y)$ , das jedenfalls nicht zu breit gewählt ist. Schließt man die Gitterkonstantenmessung an  $\lambda_{b, \text{MAX}}$  und  $\theta_{b, \text{MAX}}$  an, so zeigt Abb. 3 dafür

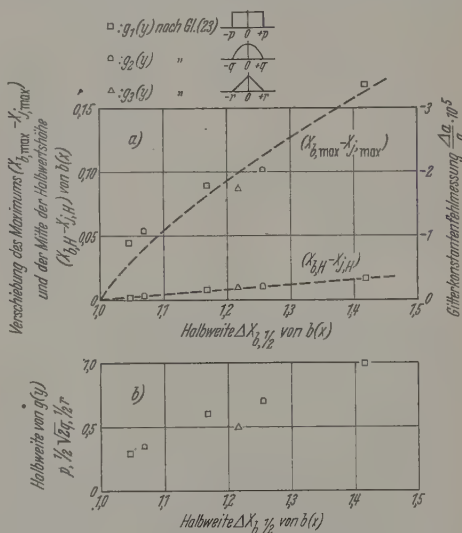


Abb. 3. Maximum, Mitte der Halbwertshöhe und Halbwerte von  $b(x)$  nach Gl. (22) mit symmetrischen Funktionen  $g(y)$  und asymmetrischer Funktion  $j(x)$

einen systematischen Fehler  $\Delta a/a$  von etwa  $2 \cdot 10^{-5}$ , der also wesentlich größer ist, als die in den neuesten Arbeiten angegebenen Fehlerbreiten.

## VII. Einfluß der Kristallfunktion

Die Voraussetzung in Abschnitt V und VI —  $K(d) = \delta(d - \bar{d})$  — wird bei Pulverpräparaten häufig nicht in ausreichendem Maße zutreffen. Man muß mit einer endlichen Breite von  $K(d)$  rechnen, und  $J(\theta)$  wird entsprechend der Bragg'schen Gleichung  $\lambda/d = 2 \cdot \sin \theta$  von der Häufigkeitsverteilung für das Verhältnis  $\lambda/d$  und damit vom Zusammenwirken von  $S(\lambda)$  und  $K(d)$  bestimmt.

Aus rein formalen Gründen ist es zweckmäßig, die von Null verschiedene Breite von  $K(d)$  aus dem Rechengang zu eliminieren, indem man mit der Gleichung  $\lambda/d = \lambda^*/\bar{d}$  eine neue Variable  $\lambda^*$  einführt. Die gesuchte Häufigkeitsverteilung für  $\lambda/d$  wird dann zu einer Häufigkeitsverteilung für  $\lambda^*$ , die mit  $U(\lambda^*)$  bezeichnet werden soll.  $U(\lambda^*)$  kann man als eine an die Unvollkommenheit des Kristallgitters „angepaßte Spektralverteilungsfunktion“ auffassen, deren Benützung an Stelle von  $S(\lambda)$  bewirkt, daß man bei der Darstellung von  $J(\theta)$  in Abschnitt V wieder mit  $K(d) = \delta(d - \bar{d})$  rechnen kann.

Führt man für  $\lambda$ ,  $\lambda^*$  und  $d$  reduzierte Koordinaten ein, die auf die jeweilige Halbreite  $\Delta\lambda_{\frac{1}{2}}$  von  $S(\lambda)$  normiert sind,

$$\lambda = \lambda_{\text{Max}}(1 + w \cdot \varrho), \quad \lambda^* = \lambda_{\text{Max}}(1 + x \cdot \varrho),$$

$$d - \bar{d}(1 + y \cdot \varrho); \quad \varrho = \frac{\Delta\lambda_{\frac{1}{2}}}{\lambda_{\text{Max}}}$$

und sind  $S(\lambda) = s(w)$ ,  $U(\lambda^*) = u(x)$ ,  $K(d) = k(y)$  die auf die neuen Variablen transformierten Verteilungsfunktionen, dann läßt sich in allen bei Präzisionsmessungen vorkommenden Fällen wegen des eng begrenzten Bereiches, in dem  $k(y) \neq 0$  ist, in völlig ausreichender Näherung schreiben:

$$\begin{aligned} \lambda &= \frac{\lambda_{\text{Max}}(1 + w \cdot \varrho)}{\bar{d}(1 + y \cdot \varrho)} = \frac{\lambda_{\text{Max}}}{\bar{d}}(1 + (w - y) \varrho) \\ &= \frac{\lambda^*}{\bar{d}} = \frac{\lambda_{\text{Max}}}{\bar{d}}(1 + x \cdot \varrho); \quad x = w - y \end{aligned}$$

und die gesuchte Häufigkeitsverteilung ergibt sich zu

$$\begin{aligned} U(\lambda^*) = u(x) &= \int s(w) k(y) dy \\ &= \int s(x + y) k(y) dy \quad \text{wegen } w = x + y. \end{aligned} \quad (24)$$

Ist  $K(d) = \delta(d - \bar{d})$  bzw.  $k(y) = \delta(y)$ , dann folgt aus der Gleichung:

$$U(\lambda^*) = u(x) = s(x) = S(\lambda),$$

und an den Ergebnissen in Abschnitt V und VI ändert sich nichts. Läßt man dagegen  $K(d) \neq \delta(d - \bar{d})$  zu, dann muß in diesen Abschnitten statt  $S(\lambda)$  die modifizierte Funktion  $U(\lambda^*)$  eingesetzt werden. Die Auswirkungen sind leicht zu übersehen.

Gl. (22) und (24) sind formal identisch (das andere Vorzeichen der Integrationsvariablen im ersten Faktor des Integranden ist belanglos), und die in Abschnitt VI gewonnenen und in Abb. 3 zusammengefaßten Beziehungen zwischen  $x_{b, \text{Max}}$ ,  $x_{b, H}$ ,  $\Delta x_{b, \frac{1}{2}}$  einerseits und  $x_{j, \text{Max}}$ ,  $x_{j, H}$ ,  $\Delta x_{j, \frac{1}{2}}$  andererseits in Abhängigkeit von Form und Halbreite von  $g(y)$  gelten nach Austausch der Variablen auch für die entsprechenden Beziehungen zwischen  $x_{u, \text{Max}}$  usw. und  $x_{s, \text{Max}}$  usw. in Abhängigkeit von Form und Halbreite von  $k(y)$ .

Für Abschnitt V ergeben sich daraus einige Veränderungen: Auf den rechten Seiten der Gl. (16), (17), (19) ist  $(\Delta\lambda_{\frac{1}{2}}/\lambda_{\text{Max}})^2$  durch  $(\Delta\lambda_{\frac{1}{2}}^*/\lambda_{\text{Max}}^*)^2$  zu ersetzen, und die Korrekturglieder in den geschweiften Klammern können wegen  $\Delta x_{u, \frac{1}{2}} > \Delta x_{s, \frac{1}{2}}$  bzw.  $\Delta\lambda_{\frac{1}{2}}^* > \Delta\lambda_{\frac{1}{2}}$  entsprechend größer werden. Schaltet man aber den Einfluß der winkelabhängigen Dispersion, wie in Abschnitt V erwähnt, durch Auftragen der Streuintensitäten über  $\sin \Theta$  aus, dann bleiben die Korrekturen in allen drei Gleichungen selbst dann noch zu vernachlässigen, wenn  $\Delta\lambda_{\frac{1}{2}}^* = 4 \Delta\lambda_{\frac{1}{2}}$  ist. (Bei Interferenzen, die noch stärker durch die Kristallfunktion verbreitert sind, werden kaum noch Präzisionsmessungen mit Genauigkeiten  $\Delta a/a$  um  $10^{-5}$  angestrebt werden.) Und man kann wie in Gl. (18) wieder in erster Näherung setzen

$$J(\Theta) = U(\lambda^*) \text{ mit } \frac{\lambda^* - \lambda_{\text{Max}}^*}{\lambda_{\text{Max}}^*} = \cotg \Theta_{J, \text{Max}} (\Theta - \Theta_{J, \text{Max}}).$$

Auf den linken Seiten von Gl. (16) und (17) stehen jetzt die gegenüber  $\lambda_{\text{Max}}$  und  $\lambda_H$  verschobenen Werte  $\lambda_{\text{Max}}^*$  und  $\lambda_H^*$ . Nach Abschnitt VI kann man dabei wieder annehmen, daß  $(x_{u, \text{Max}} - x_{s, \text{Max}})$  bzw.  $(\lambda_{\text{Max}}^* - \lambda_{\text{Max}})$  wesentlich größer ist als  $(x_{u, H} - x_{s, H})$  bzw.  $(\lambda_H^* - \lambda_H)$

und man erhält systematische Gitterkonstantenmessungen, die diesen Differenzen entsprechen. Gl. (19) ändert sich auf der linken Seite nichts, wegen  $\bar{y}_k = 0$  und Gl. (6) gilt:  $\bar{x}_u = \bar{x}_s$ ,  $\lambda^* = \lambda$ .

Bzüglich der beobachteten Streuintensitätsfunktion  $B(\Theta)$  hat man demnach mit zwei Verschönerungseffekten zu rechnen: Die asymmetrische Funktion  $S(\lambda)$  wird durch  $K(d)$  zu einer verbreiterten und solcher asymmetrischen Funktion  $U(\lambda^*)$  verschmiert. Aus  $U(\lambda^*)$  geht durch Koordinatentransformation Funktion  $J(\Theta)$  hervor, und bei der Faltung von  $J(\Theta)$  entsteht eine nochmals verbreiterte, noch schwächer asymmetrische Funktion  $B(\Theta)$ , erst der Beobachtung zugänglich ist.

Da, wie in Abschnitt II erwähnt,  $K(d)$  im Röntgenstrahlbereich nur völlig untergeordnet vom Winkel abhängt, da andererseits durch  $K(d)$  bereits die Funktion  $J(\Theta)$  verschmiert wird — also die Streuintensitätsfunktion, auf die die unvollkommene Apparaturgeometrie noch gar nicht eingewirkt hat — läßt sich die durch  $K(d)$  verursachte Fehlmessung  $\Delta a/a$  weitaus durch Verbesserung der Meßanordnung noch durch Extrapolation mildern, im Gegensatz zu den Formmessungen, die die endliche Ausdehnung von Gittern bewirkt. Bei Relativmessungen, bei denen die Apparatebedingungen für die einzelnen Messungen konstant gehalten werden, ist das zu beachten, wenn die vergleichenden Präparate merklich unterschiedliche Kristallfunktionen haben.

## VIII. Symmetrische Spektralfunktion und asymmetrische Apparatefunktion

Bis jetzt wurde der verschmierende Einfluß der Funktionen  $G(\varepsilon)$  und  $K(d)$  auf die Asymmetrie der beobachteten Streuintensitätsfunktion  $B(\Theta)$  diskutiert. Grundsätzlich tritt natürlich der gleiche Effekt auf, wenn  $G(\varepsilon)$  oder  $K(d)$  ihrerseits asymmetrisch sind. Ist diese Asymmetrie stark und haben die Funktionen obendrein eine genügende Breite, dann wird eventuell gegen die in Abschnitt IV unter 2. aufgeführten Voraussetzungen verstoßen, und die Asymmetrie von  $G(\varepsilon)$  oder  $K(d)$  bewirkt eine nur schwer übersichtbare Verschiebung des Maximums von  $B(\Theta)$ .

Um diese Verschiebung abschätzen zu können, soll ein sehr vereinfachtes Modell durchgerechnet werden. Die Funktion  $J(\Theta)$  kann dabei als symmetrisch angenommen werden, und ihre Halbreite soll allein durch die Spektralverteilung gegeben sein,  $K(d) = \delta(d - \bar{d})$ . Mit der gleichen Bedeutung für  $x$  wie in Gl. (20) ergibt sich der Ansatz

$$J(\Theta) = j(x) = [1 + x^2]^{-1}.$$

Als Apparatefunktion soll die Funktion dienen, die bei flachen Präparaten z.B. den Einfluß der Horizontaldivergenz des Strahlenbündels und unter bestimmten experimentellen Bedingungen auch den Einfluß der Vertikaldivergenz beschreibt [13], [14].

$$\begin{aligned} g(y) &= \frac{1}{|y|} \quad \text{für } 0 \leq y \leq 3\bar{y} \quad \text{mit } \bar{y} = \text{Schwerpunkt von } g(y) \\ &= 0 \quad \text{für } y < 0; \quad y > 3\bar{y}. \end{aligned} \quad (25)$$

Die Koordinate  $y$  wird wieder nach Gl. (21) in Vielfachen der Halbreite von  $J(\Theta)$  gemessen.

Das Integral für  $b(x) = \int j(x - y) g(y) dy$  ist geschlossen darstellbar, und die numerische Auswertung



den in Abb. 4 gezeigten Zusammenhang zwischen den Koordinaten  $\bar{y}$ ,  $x_{b, \text{MAX}}$ ,  $x_{b, H}$ ,  $\Delta x_{b, \frac{1}{2}}$ . In Abb. 4 ist die Differenz  $\bar{y} - x_{b, \text{MAX}}$ , die die hier interessierende Abweichung von Gl. (13) angibt, wieder unter der Annahme von  $\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}/\lambda_{\text{MAX}} = 2 \cdot 10^{-4}$  als Gitterkonstantenmessung  $\Delta a/a$  angegeben. Als Abszisse ist die verteilte Verschiebung  $\bar{y}$  des Maximums  $x_{b, \text{MAX}}$  aufgetragen. Man erkennt, daß für  $\bar{y} \leq 0,3$  die Fehlmessungen  $\Delta a/a$  unter  $5 \cdot 10^{-6}$  bleiben, daß sie aber bei größeren  $\bar{y}$  dann steil ansteigen. Für  $\bar{y} \approx 0,3$  ergibt sich auch eine symmetrische Funktion  $j(x)$  ( $J(\theta)$ ) durch die Faltung mit einer Funktion  $g(y)$  ( $G(\varepsilon)$ ) nach Gl. (26) je nach Größe von  $\bar{y}$  eine mehr oder minder asymmetrische Funktion  $b(x)$  ( $B(\theta)$ ), bei der Maximum und Schwerpunkt auseinanderfallen, denn wegen  $\bar{y} = 0$  und Gl. (6) ist  $x_b = \bar{y}$  jedenfalls erfüllt.

In Abb. 4a ist noch die Differenz  $\bar{y} - x_{b, H}$  bzw. dazu äquivalente Gitterkonstantenfehlmessung eingetragen. Man sieht, daß ganz analog zu den Ergebnissen in Abschnitt VI, Abb. 3, die Verschiebung der Mitte der Halbwertshöhe sehr viel genauer die des Maximums mit der erwarteten Verschiebung  $\bar{y}$  übereinstimmt.

Wie in Abschnitt VI ist zu prüfen, ob eine Fehlmessung als Folge einer asymmetrischen Apparatefunktion das Extrapolationsergebnis beeinflusst. Seien  $\varepsilon_i$  diejenigen Apparatefunktionen nach Abschnitt II, die stark asymmetrisch sind (z. B. diejenigen für horizontal- und Vertikaldivergenz, Präparatabsorption), und seien  $\bar{\varepsilon}_{\alpha i}$  die zugehörigen Schwerpunkte, dann sind die Fehlmessungen  $\Delta a/a$  als Folge der Abweichung von  $\theta_{B, \text{MAX}} = \theta_{J, \text{MAX}} + \bar{\varepsilon}_{\alpha i}$  gesondert für einzelne  $\bar{\varepsilon}_{\alpha i}$  abzuschätzen und zu addieren. Die Summe der einzelnen Fehlmessungen, die mit  $\alpha \sum_i \Delta a/a$

bezeichnet sei, wird dann entsprechend Abschnitt VI durch gemildert durch den verschmierenden Einfluß der übrigen, symmetrischen Apparatefunktionen wie Brennfleckausdehnung, Rundblende usw. Man erkennt daraus, daß es sehr schwierig ist, auch nur grobe Abschätzungen über die schließlich für die einzelnen Interferenz resultierende Fehlmessung zu erhalten. Nun gehen aber die  $\bar{\varepsilon}_{\alpha i}$  im Rückstrahlbereich etwa mit  $(\frac{\pi}{2} - \theta)$  gegen Null. (Für die Vertikaldivergenz gilt das nicht immer, s. weiter unten.) Andererseits ist die Halbwerte  $\Delta \theta_{J, \frac{1}{2}}$  von  $J(\theta)$  proportional zu  $\text{tg } \theta$  ist — im Rückstrahlbereich  $(\frac{\pi}{2} - \theta)^{-1}$  — ergibt sich, daß die  $\bar{y}_{\alpha i} = \frac{\bar{\varepsilon}_{\alpha i}}{\Delta \theta_{J, \frac{1}{2}}}$  mit  $(\frac{\pi}{2} - \theta)^2$  gegen Null gehen. Durch entsprechende Dimensionierung des Präparates und der Blendenmetrie kann man es deswegen stets erreichen, daß für die letzte Interferenz die oben erklärte Summe  $\Delta a/a$  hinreichend klein ist. Der an der letzten

Interferenz erhaltene Meßwert ist aber wesentlich stimmend für das Extrapolationsergebnis. Für die übrigen Interferenzen mit Glanzwinkeln  $\theta \lesssim 70^\circ$  wird sich häufig nicht vermeiden lassen, daß die Asymmetrie einzelner Apparatefunktionen zu schwer kontrollierbaren systematischen Fehlern führt. Dadurch aber allenfalls die Neigung der Extrapolationskurven verfälscht. Die Fehlmessungen kommen also in stark abgeschwächtem Maße im Extrapolationsergebnis zur Wirkung.

Ein Sonderstellung nimmt die Vertikaldivergenz ein, deren Apparatefunktion in der auf  $\Delta \theta_{J, \frac{1}{2}}$  bezogenen, normierten Darstellung angenähert durch Gl. (26) gegeben ist [18]. Insbesondere bei Messungen mit dem Zählrohrgoniometer, aber auch bei photographischer Registrierung mit schlitzförmiger Eintrittsblende oder Photometerspalt als Empfangsblende wächst die zugehörige Schwerpunktskoordinate  $\bar{\varepsilon}_v$  etwa proportional mit  $\cotg 2\theta$  an, wenn  $\theta$  gegen  $90^\circ$  geht. Wegen  $\cotg 2\theta \approx \frac{1}{2} \text{tg } \theta$  im Rückstrahlbereich und  $\Delta \theta_{J, \frac{1}{2}}$  prop.  $\text{tg } \theta$  ist in diesen Fällen der normierte Schwerpunkt angenähert konstant. Mit  $\Delta a/a = -\cotg \theta \cdot \bar{\varepsilon}_v$  gibt die Vertikaldivergenz eine Gitterkonstantenfehlmessung prop.  $\cotg \theta \cdot \cotg 2\theta = \frac{1}{2} (\cotg^2 \theta - 1)$  [19], [20]. Der kleinere, mit  $\cotg^2 \theta$

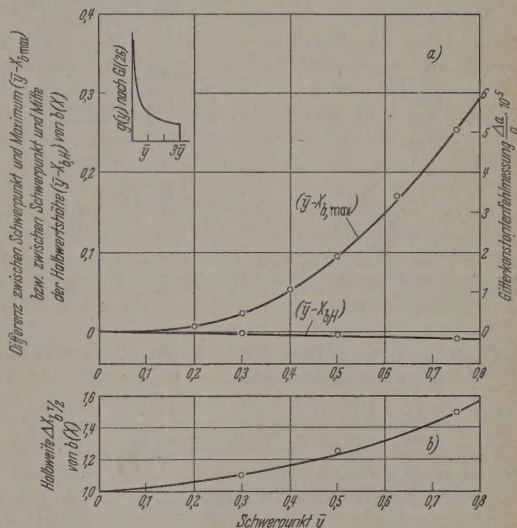


Abb. 4. Maximum, Mitte der Halbwertshöhe und Halbwerte von  $b(x)$  nach Gl. (22) mit asymmetrischer Funktion  $g(y)$  und symmetrischer Funktion  $j(x)$

gehende Anteil der Fehlmessung wird bei der Extrapolation über eine der üblichen Funktionen — z. B.  $\cos^2 \theta$  — hinreichend eliminiert, während der konstante Anteil aus der Apparategeometrie entnommen und extrakorrigiert werden muß. Diese Extrakorrektur ist natürlich um so unsicherer, je größer sie ist. Sie wird noch unsicherer, wenn  $\bar{y}$ , entsprechend Abb. 4 nicht ausreichend klein gegen 1 ist. Bei Präzisionsmessungen wird man allerdings ohne Schwierigkeiten durch hinreichend enge Sollerschlitze oder niedrige Eintrittspaltblenden oder Photometerspalte diese zusätzliche Unsicherheit vermeiden können.

## IX. Überlappung der $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten

Bei den bisherigen Überlegungen war außer acht gelassen, daß die Überlagerung der beiden engen Nachbarn  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten einer Interferenz zu Verschiebungen des Maximums bzw. der Mitte der Halbwertshöhe der  $B(\theta)$ -Funktionen der einzelnen Komponenten führt. Grundsätzlich bleibt in diesen Fällen die Möglichkeit, durch Separierung des Dublettes die beiden Komponenten getrennt zu erhalten. Dafür sind in der Literatur mehrere Verfahren angegeben, die aber alle einengende Voraussetzungen bezüglich der  $B(\theta)$ -Funktionen der beiden Komponenten machen müssen, s. z. B. [21].



Um die Auswirkung mangelnder Dubletteauflösung auf die Lage des Maximums und der Mitte der Halbwertshöhe analytisch abschätzen zu können, soll die durch Überlagerung der  $B(\theta)$ -Funktionen entstehende

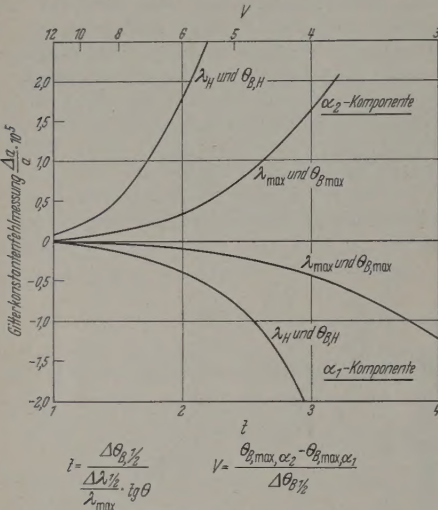


Abb. 5. Gitterkonstantenfehlmessung  $\Delta a/a$  als Folge der Überlappung der  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten für den Fall, daß in die Bragg'sche Gleichung die Wellenlängen  $\lambda_{\text{Max}}$  oder  $\lambda_H$  und die ohne Separierung der Komponenten gemessenen Winkel  $\theta_{B,\text{Max}}$  oder  $\theta_{B,H}$  eingesetzt werden

Streuintensitätsfunktion des Dublettes durch folgenden Ansatz dargestellt werden:

$$\left. \begin{aligned} D_1(z) &= b(z) + \frac{1}{2} b(z-v), \\ &\text{wenn } b(z) \text{ die } \alpha_1\text{-Komponente ist.} \\ D_2(z) &= b(z) + 2 \cdot b(z+v), \\ &\text{wenn } b(z) \text{ die } \alpha_2\text{-Komponente ist.} \\ z &= \frac{\theta - \theta_{B,\text{Max}}}{\Delta \theta_{B,1/2}}, \quad b(z) = [1 + z^2]^{-1}, \\ v &= \frac{\theta_{B,\text{Max},\alpha_2} - \theta_{B,\text{Max},\alpha_1}}{\Delta \theta_{B,1/2}} \\ &= \frac{\lambda_{\text{Max},\alpha_2} - \lambda_{\text{Max},\alpha_1}}{\Delta \lambda_{1/2}} \cdot \frac{1}{t}; \quad t = \frac{\Delta \theta_{B,1/2}}{\lambda_{\text{Max}}} \cdot \text{tg } \theta \end{aligned} \right\} \quad (27)$$

Dabei ist vernachlässigt: die winkelabhängige Dispersion im Rückstrahlbereich, wodurch die Halbwerte der  $\alpha_2$ -Komponente größer als die der  $\alpha_1$ -Komponente wird; Abweichung der  $b(z)$ -Funktion von obiger Darstellung, insbesondere eine mögliche Asymmetrie; Unterschiede zwischen den  $b(z)$ -Funktionen der beiden Komponenten.

$v$  ist ein Maß für die Dubletteauflösung. Der Hilfsparameter  $t$ , ein Faktor  $\geq 1$ , gibt an, um wieviel die Halbwerte von  $B(\theta)$  durch die verbreiternde Wirkung der Funktionen  $K(d)$  und  $G(\varepsilon)$  gegenüber der allein spektral bedingten Halbwerte vergrößert ist.

Von  $D(z)$  interessieren die Größen  $z_{\text{Max}}$  und  $z_H$ . Die Rechnung ergibt, daß in dem in Abb. 5 gezeichneten Bereich eine erste Näherung der zugehörigen Bestimmungsgleichungen ausreicht. Nach einigen elementaren Entwicklungen erhält man:

$$\text{für } D_1(z): \quad z_{D1,\text{Max}} = \frac{v}{2(v^2 + 1)^2 + 1}, \quad z_{D1,H} = \frac{2v}{(v^2 + 1)^2 - 4v^2},$$

$$\text{für } D_2(z): \quad z_{D2,\text{Max}} = \frac{-2v}{(v^2 + 1)^2 + 2}, \quad z_{D2,H} = \frac{-8v}{(v^2 - 2)^2 - 4v^2}.$$

Mit  $v \cdot t = 12$  nach Gl. (27) und  $\Delta \lambda_1 / \lambda_{\text{Max}} = 2 \cdot 10^{-3}$  beides entspricht ungefähr einem Mittelwert für K- $\alpha$ -Strahlungen von Cr bis Cu, ergibt der Ausdruck

$$z \cdot t \cdot \frac{\Delta \lambda_1}{\lambda_{\text{Max}}} \text{ eine den Verschiebungen entsprechende Gitterkonstantenfehlmessung } \Delta a/a, \text{ wenn man für entweder } z_{\text{Max}} \text{ oder } z_H \text{ einsetzt.}$$

Man erkennt in Abb. 5, daß Maximum und Mitte der Halbwertshöhe der  $\alpha_2$ -Komponente etwa viermal störungsempfindlicher sind als die entsprechenden Werte der  $\alpha_1$ -Komponente. Erhält man also bei mangelnder Dubletteauflösung an den beiden Komponenten verschiedene Gitterkonstanten, so muß ein im Verhältnis 4:1 gewichtetes Mittelwert gebildet werden. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, daß nach Tabelle I die  $\alpha_1$ - und  $\alpha_2$ -Komponenten der Eigenstrahlungen zum Teil erhebliche verschiedene Asymmetrieverhältnisse haben. In der Abbildung wiederum bewirkt nach Abschnitt VI und VII unterschiedliche Verschiebungen des Maximums der beiden Komponenten, die nur schwer auszumitteln sind.

Abb. 5 zeigt ferner, daß die Mitte der Halbwertshöhe etwa vier- bis fünfmal stärker verschoben wird als das Maximum. Man beobachtet also schon bei kleinen Werten  $t$  (bzw. großen Werten  $v$ ) selbst das scheinbar asymmetrische  $B(\theta)$ -Funktionen, wenn separierten Komponenten symmetrisch sind.

## X. Gitterkonstantenmessungen im Anschluß an die Mitte der Halbwertshöhe

In den vorangegangenen Abschnitten wurde immer neben dem Maximum das Verhalten der Mitte der Halbwertshöhe verfolgt. Es ergab sich dabei, daß die verschmierende Wirkung der Apparatefunktion  $G$  und der Kristallfunktion  $K(d)$  auf die Asymmetrie der beobachteten Streuintensitätsfunktion  $B(\theta)$  einseitig und die unerwünschte Profiländerung von  $B$  durch stark asymmetrische  $G(\varepsilon)$  andererseits das Maximum  $\theta_{B,\text{Max}}$  etwa zehnmals stärker verschieben als die Mitte der Halbwertshöhe  $\theta_{B,H}$ . Es ist deswegen zu untersuchen, ob nicht die Schwierigkeiten der Präzisionsmessungen, die von der Asymmetrie der beteiligten Funktionen herrühren, dadurch weitgehend zu vermeiden sind, daß man die Gitterkonstantenmessungen nicht wie üblich an das Maximum  $\lambda_{\text{Max}}$  und  $\theta_{B,\text{Max}}$ , sondern an die Mitte der Halbwertshöhe  $\lambda_H$  und  $\theta_{B,H}$  anschließt<sup>1</sup>. Diese Meßmethode erfordert allerdings eine objektive Registrierung der Interferenzen, die aber bei höchsten Genauigkeitsanforderungen einer visuellen Filmvermessung vorzuziehen ist (s. auch Abschnitt XII).

Neben dem eben erwähnten Vorteil besteht aber ein nicht unerheblicher Nachteil darin, daß nach Abschnitt IX eine mangelnde Dubletteauflösung der  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten die Mitte der Halbwertshöhe etwa vier- bis fünfmal stärker verschiebt als das Maximum. Bei Interferenzen mit  $\theta \lesssim 70^\circ$ , die zur Bestimmung der Extrapolationsgeraden benötigt werden, selbst bei guten Präparaten die Dubletteauflösung im allgemeinen nicht soweit gelingen, daß bei Messung im Anschluß an die Mitte der Halbwertshöhe keine

<sup>1</sup> z. B. [23] hat dieses Verfahren schon angewandt.



lichen Fehler entstehen, deren Auswirkung auf Extrapolationsergebnis wieder wie in Abschnitt VI VIII schwer abzuschätzen ist. Bei Präparaten erheblichen inneren Spannungen oder Teilchenverbreiterungen, die auch bei den letzten Interferenzen schlechte Dubletteauflösungen ergeben, bringt Messung mit  $\lambda_H$  und  $\Theta_{B,H}$  jedenfalls keinen Vorteil. Bei guten Präparaten hingegen besteht eine Möglichkeit, durch Messung der Mitte der Halbwertshöhe verschmierende Wirkung der Apparate- und der Gitterfunktionen zu kontrollieren und damit das Maß der dadurch verursachten Fehlmessung abzuschätzen. Sind die  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Komponenten der letzten Interferenzen soweit aufgelöst, daß nach Gl. (27) die Dubletteauflösung  $v \geq 6$  ist, dann verändert die Überlagerung der beiden Komponenten nach Abb. 5 zu einem Profil das Profil der  $\alpha_1$ -Komponente — abgesehen von den Ausläufern — noch nicht merklich. Eine an der Komponente gemessene Asymmetrie, gekennzeichnet durch  $\frac{\sin \Theta_{B,H} - \sin \Theta_{B,\text{Max}}}{\sin \Theta_{B,\text{Max}}}$  sollte im günstigsten

Fall mit der Asymmetrie  $\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$  der Eigenstrahlung nach Tabelle I übereinstimmen. Besteht zwischen beiden Ausdrücken eine Differenz, die die Fehlertheorie der in Tabelle I aufgeführten Werte übersteigt, so weist das auf Verschmierungen durch die Apparate- und die Kristallfunktion, die von der Extrapolationsmethode gar nicht oder nur mangelhaft erfaßt werden. Nimmt man in erster Näherung an, daß die Verschmierung nur das Maximum, nicht aber die Mitte der Halbwertshöhe verändert, wofür die Ergebnisse in Abschnitt VI und VIII Anhaltspunkte geben, dann gibt die Differenz

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\sin \Theta_{B,H} - \sin \Theta_{B,\text{Max}}}{\sin \Theta_{B,\text{Max}}} - \frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}} \quad (28)$$

an  $\alpha_1$ -Komponenten der letzten, gut aufgelösten Interferenzen ein ungefähres Maß für einen systematischen Fehler im Extrapolationsergebnis, der nach Tabelle I und Abschnitt VI insbesondere bei Fe-K Co-K mehrere  $10^{-5}$  betragen kann.

Im extremen Rückstrahlungsbereich  $\Theta \approx 85^\circ$  besteht nach Gl. (28) eine Schwierigkeit in der Bestimmung von  $\Theta_{B,H}$ . Dort muß auch bei guten Präparaten ( $\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}^* \approx \lambda_{\text{Max}}$  nach Abschnitt VII) die winkelabhängige Disposition beachtet werden. Man muß dann entweder nach Gl. (17) und Abschnitt VII diesen Einfluß berücksichtigen, indem man in Gl. (28)  $\sin \Theta_{B,H}$  durch  $\sin \Theta_{B,H} \times (1 - \frac{1}{2} (\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}^* / \lambda_{\text{Max}})^2 \tan^2 \Theta)$  ersetzt (wobei  $\Delta \lambda_{\frac{1}{2}}^*$  geschätzt werden muß), oder wie in Abschnitt III von Gl. (4) abweichende Definition

$$(\sin \Theta)_{B,H} = \frac{1}{2} [\sin \Theta_B^* + \sin \Theta_H] \quad (29)$$

benutzen. Letztere Möglichkeit gilt streng nur für kristalleigene Streuintensitätsfunktion  $J(\Theta)$ . Es läßt sich aber zeigen, — was hier aus Platzgründen nicht weiter auszuführen soll — daß Gl. (29), die sich auf die kristalleigene Streuintensitätsfunktion  $B(\Theta)$  bezieht, ebenfalls benutzt werden kann, solange die Streufunktion  $G(\epsilon)$  nur schwach verbreiternd auftritt.

Bei einer Abschätzung der Genauigkeiten dieser Werte ist zu beachten, daß bei Untersuchungen am Doppelspektrometer dieser Arbeit behandelten Funktionen in einer zum Teil komplizierteren Weise miteinander verflochten sind, als bei Gitterkonstantenmessungen gilt, siehe z. B. [5].

## XI. Gleichzeitige Verwendung mehrerer Eigenstrahlungen

Gitterkonstantenmessungen unter Verwendung nur einer Eigenstrahlung können bezüglich des Verhältnisses  $\bar{a}/\lambda_{\text{Max}}$  je nach Meßaufwand zu hohen Genauigkeiten führen. Insbesondere zu Vergleichszwecken ist aber diese Angabe oft ausreichend, so daß die begrenzte Genauigkeit, mit der die Wellenlänge  $\lambda_{\text{Max}}$  etwa im  $kX$ - oder Ångström-Maßstab bekannt ist, im Meßergebnis gar nicht erscheint. Wendet man die Extrapolationsmethode auf Interferenzen an, die von verschiedenen Eigenstrahlungen herrühren (Legierungsantikathoden, Mehrfachbelichtung des Filmes mit verschiedenen Antikathoden, Verwendung von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Strahlungen), so wird die Genauigkeit des Extrapolationsergebnisses grundsätzlich von der Relativgenauigkeit der benutzten Wellenlängen unter sich begrenzt. Während z. B. die Messungen von verschiedenen Autoren an Cu-K $\alpha$  nur um etwa  $7 \cdot 10^{-6}$  von einander abweichen, sind die Werte insbesondere für Cr-K wesentlich unsicherer (s. z. B. [22], [8]).

Abgesehen von diesem grundsätzlichen Nachteil führt die gleichzeitige Verwendung verschiedener Strahlungen zur dichteren Belegung der Extrapolationsgeraden sicherlich dann zu falschen Ergebnissen, wenn die Apparatefunktion, die den Einfluß der Präparatabsorption enthält für die einzelnen Strahlungen merklich verschiedene Schwerpunktsverschiebungen  $\bar{\epsilon}_i$  bewirkt. Die Interferenzen der einzelnen Strahlungen erfordern dann jeweils eigene Extrapolationsgeraden. Das dürfte vor allem bei leichten Substanzen mit geringer Absorption der Fall sein.

Bei schweren, dicht gepackten Substanzen, bei denen der Absorptionseinfluß oft zu vernachlässigen ist, bei denen aber die Brechungskorrektur wesentlich größer als die angestrebte Meßgenauigkeit sein kann, müssen die an den einzelnen Interferenzen gemessenen Gitterkonstanten bei gleichzeitiger Verwendung mehrerer Strahlungen jedenfalls vor der Extrapolation bezüglich der Brechung korrigiert werden. Da die Brechungskorrektur proportional mit  $\lambda^2$  geht, können anderenfalls erhebliche Fehler entstehen. So beträgt z. B. (bei  $\Theta = 90^\circ$ ) die Korrektur für Gold mit Cu-K $\alpha$ :  $\Delta a/a = 5 \cdot 10^{-5}$ , mit Cr-K $\alpha$ :  $\Delta a/a = 11 \cdot 10^{-5}$ . Bei Pulverpräparaten ist aber eine Brechungskorrektur für Interferenzen mit  $\Theta < 90^\circ$  um so unsicherer, je weiter  $\Theta$  von  $90^\circ$  entfernt ist [25], [26]. Deshalb ist die Lage der Extrapolationsgeraden bei einer Korrektur der gemessenen Gitterkonstanten vor der Extrapolation mit einem schwer abschätzbaren Fehler belastet. Bei Verwendung nur einer Strahlung hingegen korrigiert man nach [25] erst das Extrapolationsergebnis, da die Unsicherheit der Korrektur bei Winkeln  $\Theta < 90^\circ$  mit der Extrapolation der gemessenen, unkorrigierten Gitterkonstanten über einer Funktion, die mit  $(\frac{\pi}{2} - \Theta)^2$  gegen Null geht, weitgehend eliminiert wird.

Es ergibt sich also, daß die Anwendung mehrerer Strahlungen zur dichteren Belegung der Extrapolationsgeraden bei höchsten Genauigkeitsanforderungen im allgemeinen keinen Vorteil bringt.

## XII. Visuelle Filmvermessung

Bei photographischen Meßverfahren werden die Glanzwinkel der einzelnen Interferenzen meist mit einem Komparator oder Meßuhrmaßstab vermessen.



Dann stellt eine mögliche Asymmetrie der beobachteten Streuintensitätsfunktion  $B(\theta)$  eine grundsätzliche Genauigkeitsgrenze dar. Denn es ist im einzelnen nicht bekannt, ob das subjektiv empfindende Auge die Meßmarke auf das Maximum, auf die Mitte der Halbwertshöhe oder auf den Schwerpunkt des Schwärzungsprofils oder auf einen irgendwie gearteten Mittelwert einstellt. Da das Auge die Kontraste zwischen dem „Kopf“ und den „Füßen“ von  $B(\theta)$  stark überhöht, Abb. 6, ist es naheliegend, daß man mit dem Auge einen Punkt zwischen Maximum und Mitte der Halbwertshöhe anvisiert, wobei vermutlich die Einstellung um so näher bei der Mitte der Halbwertshöhe liegt, je stärker der Film überbelichtet ist. Deswegen ist bei visueller Filmvermessung ein systematischer Fehler  $\Delta a/a$  etwa der Größenordnung

$\frac{\lambda_H - \lambda_{\text{Max}}}{\lambda_{\text{Max}}}$  nach Tabelle 1 selbst dann zu erwarten, wenn

$G(\epsilon)$  und  $K(d)$  keinen verbreiternden und verschmierenden Einfluß auf  $B(\theta)$  ausüben. In Wirklichkeit ist das aber immer der Fall. Dann wird entsprechend den Ergebnissen in Abschnitt VI und VII die Differenz zwischen Maximum und Mitte der Halbwertshöhe

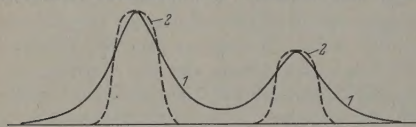


Abb. 6. Visuelle Kontrasterhöhung des Schwärzungsprofils. 1 Photometerkurve, 2 visuell geschätztes Schwärzungsprofil

von  $B(\theta)$  zwar gemildert, aber in der Weise, daß das Maximum verschoben wird, d.h. die Fehlmessung wird nur noch wahrscheinlicher.

Wegen  $\lambda_H > \lambda_{\text{Max}}$  oder  $\theta_{B,H} > \theta_{B,\text{Max}}$  erhält man also bei visueller Filmvermessung bevorzugt zu kleine Gitterkonstanten. Inwieweit sich diese subjektiv bedingten systematischen Fehler, die zusätzlich zu den in Abschnitt VI bis VIII besprochenen auftreten, bei der Extrapolation eliminieren, ist nicht abzuschätzen, zumal die Einstellung der Meßmarke bezüglich des Maximums bzw. der Mitte der Halbwertshöhe möglicherweise von Person zu Person verschieden ist. Diese Fehler werden sich bei Relativmessungen allerdings dann weitgehend herausheben, wenn die verschiedenen Messungen in der gleichen Meßvorrichtung, an etwa gleich guten Präparaten und von der gleichen Person vorgenommen werden. (Bezüglich der statistischen Fehler bei visueller Filmvermessung s. z. B. [24].)

#### Zusammenfassung

Schließt man die Gitterkonstantenmessung an das Maximum der Spektralverteilungsfunktion und an das Maximum der beobachteten Streuintensitätsfunktion an und versucht man, eine Genauigkeit  $\Delta a/a$  von  $1$  bis  $2 \cdot 10^{-5}$  zu erreichen, so erfordert die Asymmetrie der Spektralverteilungsfunktion eine sorgfältige Berücksichtigung des verbreiternden und damit verschmierend wirkenden Einflusses der Apparatefunktion und der Kristallfunktion.

Die systematischen Fehlmessungen, die die endliche Ausdehnung der Apparatefunktion verursacht, wird bei Anwendung der Extrapolationsmethode im allgemeinen teilweise eliminiert.

Eine endliche Ausdehnung der Kristallfunktion dagegen bewirkt einen Fehler, der bei der Extrapolation nicht ausgeschaltet wird.

Es werden Beziehungen abgeleitet, die angewandt für Co-K $\alpha$ -Strahlung gelten. Insbesondere ist die Strahlung für Präzisionsmessungen nicht geeignet.

Unter günstigen Experimentalbedingungen kann eine mögliche Asymmetrie der Apparatefunktion das Maximum der beobachteten Streuintensitätsfunktion bei den letzten Interferenzen mit  $\theta \approx 70^\circ$  nur wenig verschieben. Für Interferenzen mit  $\theta \lesssim 70^\circ$  ist merklicher Einfluß zu erwarten, der aber im Polarisationsergebnis nur abgeschwächt zur Wirkung kommt.

Bei guten Präparaten mit hinreichender Auflösung der  $\alpha_1\alpha_2$ -Komponenten erlaubt ein Vergleich der an den letzten Interferenzen gemessenen Asymmetrie mit den bekannten Literaturwerten eine Abschätzung des systematischen Fehlers, der durch die Asymmetrie der Spektralfunktion, der Apparatefunktion oder der Kristallfunktion erzeugt wird.

Bei höchsten Genauigkeitsanforderungen ist gleichzeitige Benützung verschiedener Eigenschaften der Strahlung nicht zu empfehlen, da die Wellenlängen unterschiedlicher Genauigkeit bekannt sind, die separate für die verschiedenen Strahlungen verschiedene Absorptionskoeffizienten haben und eine Brechkorrektur für Winkel  $\theta < 90^\circ$  unsicher ist.

Bei visueller Filmvermessung stellt das Auge die Meßmarke wahrscheinlich auf einen vom Belichtungsgrad und von der Meßperson abhängenden Wert zwischen Maximum und Mitte der Halbwertshöhe des Schwärzungsprofils ein. Dadurch mißt man je nach der Asymmetrie des Profils bevorzugt zu kleine Gitterkonstantenwerte, wenn man das Maximum visieren will.

Herrn Prof. Dr. Dr. h. c. R. GLOCKER und Herrn E. MACHERAUCH habe ich für zahlreiche Anregungen danken.

**Literatur:** [1] SMAKULA, A., and J. KALNAJS: *Phys. Rev.* **99**, 1737 (1955). — [2] STRAUMANIS, M. E., u. C. C. V. *Acta crystallogr.* **8**, 367 (1955). — [3] WEYERER, H.: *Z. a. Phys.* **8**, 202, 297, 553 (1956). — [3a] GIESECKE, C. H. PFISTER: *Acta crystallogr.* **11**, 369 (1958). — [4] BAHN, M.: *Spektroskopie der Röntgenstrahlen*. Berlin 1957. — [5] FLÜGGE, S.: *Handbuch der Physik*, Bd. XXX. — 1957. — [6] ALLISON, S. K.: *Phys. Rev.* **44**, 63 (1938). — [7] PARRATT, L. G.: *Phys. Rev.* **50**, 1 (1936). — [8] BRAGG, W. L., and C. H. SHAW: *Phys. Rev.* **48**, 18 (1935). — [9] SPENCER, R. C.: *Phys. Rev.* **49**, 422 (1936). — [10] SON, M. S.: *J. Appl. Phys.* **23**, 499 (1952). — [11] WATSON, B. E., u. E. P. WAREKOIS: *Acta metallurg.* **3**, 473 (1955). — [12] ALEXANDER, L.: *J. Appl. Phys.* **25**, 155 (1954). — [13] WILSON, A. J. C., *J. Sci. Instrum.* **27**, 321 (1954). — [14] TROST, A.: *Z. angew. Phys.* **7**, 469 (1955). — [15] KLEIN, L. ALEXANDER: *X-Ray Diffraction Procedures*. New York 1954. — [16] TAYLOR, A., and H. SINCLAIR: *Phys. Soc. Lond.* **57**, 108, 126 (1945). — [16a] NEFF, J. B., and D. P. RILEY: *Proc. Phys. Soc. Lond.* **57**, 485 (1945). — [17] LANG, A. R.: *J. Appl. Phys.* **27**, 485 (1956). — [18] EASTABROOK, J. N.: *Brit. J. Appl. Phys.* **3**, 349 (1956). — [19] BRADLEY, A. J., and A. H. JAY: *Proc. Phys. Soc. Lond.* **44**, 563 (1932). — [20] LIPSON, H., and A. J. C. WILSON: *J. Sci. Instrum.* **18**, 144 (1941). — [21] PAPAIOULIS, A.: *Sci. Instrum.* **26**, 423 (1955). — [22] BEARDEN, J. A.: *Rev. 43*, 92 (1933). — [23] NEFF, H.: *Z. angew. Phys.* **505** (1956). — [24] EKSTEN, H., u. S. SIEGEL: *Acta crystallogr.* **2**, 99 (1949). — [25] WILSON, A. J. C.: *Proc. Cambridge Soc.* **36**, 485 (1940). — [26] FROHNMEYER, G., u. R. GLOCKER: *Acta crystallogr.* **6**, 19 (1953).

DR. MANFRED WILKENS  
Röntgeninstitut der Technischen Hochschule  
und Institut für Metallphysik  
am Max-Planck-Institut für Metallforschung  
Stuttgart, Seestraße 71